

minder großen Sprengstoffladungen gemessen werden.

Die vorstehend in Zeichnung wiedergegebene Anordnung entspricht der Messung von 0,5—1,5 kg großen Ladungen, wie solche die Ausrüstungseinheiten an Ekrasit für die technische Truppe in Österreich bilden.

Der Apparat eignet sich aber auch zum Studium der Wirkung verschiedener Ladungsanordnungen und Initiierungsweisen und ist auch sonst für die Prüfung anderer sprengtechnischer Fragen benutzbar.

Das Meyer'sche Tangentialsystem für Schwefelsäurefabrikation.

VON E. HARTMANN und F. BENKER,

Wiesbaden—Clichy b. Paris

(Eingeg. d. 20./2. 1904.)

Herr Dr. Theodor Meyer hat den bisherigen Veröffentlichungen über sein Tangentialsystem für Schwefelsäurefabrikation eine weitere folgen lassen (1904, C. Forgers Druckerei, Offenbach a. Main)¹⁾, welche uns veranlaßt, auch unsere Ansicht zu dieser Kammerkonstruktion zu präzisieren. —

Wir verweisen zunächst auf die uns bekannt gewordenen Veröffentlichungen in dieser Angelegenheit, und zwar seitens des Erfinders in der Chem.-Ztg. 1899, 293, in dieser Z. 1900, 418 u. 739, 1901, 1245, 1902, 278; seitens des Herrn Prof. Lunge in der gleichen Z. 1902, 145 u. 581, und namentlich in dessen Handbuch der Schwefelsäurefabrikation, III. Auflage, 1903, 396. Sodann brachte die Chem.-Ztg. 1903, 859 u. 983, noch einige interessante Mitteilungen beider Autoren über diesen Gegenstand, und endlich hielt Herr Ingenieur Oscar Guttmann in London gegen Ende vorigen Jahres einen Vortrag in der Society of chemical Industry in Manchester, in welchem er auch die Tangentialkammern eingehend besprach, und in dem er dieselben im Gegensatz zu Lunge als eine der vorteilhaftesten Konstruktionen hinstellt, ohne aber diese Ansicht zu begründen. —

In der uns vom Verfasser gütigst eingesandten neuesten Veröffentlichung zieht nun Meyer einen Vergleich zwischen den Ersparnissen, welche sich bei der Errichtung eines modernsten zweikammerigen Tangentialsystems von 1650 cbm Inhalt gegenüber einem alten Dreikammer-Oblongsystem mit einem um genau 100 % größeren Inhalte, also einem solchen von 3330 cbm ergeben. Dr. Meyer nimmt für ersteres eine Leistung von

5 kg H_2SO_4 , was — wirkliche 100 %ige H_2SO_4 vorausgesetzt — 7,40 kg Kammer-säure von 53° Bé. entspricht, in Anspruch, während er die Leistung des letzteren, also des Oblongsystems, wiederum um genau 50 % niedriger, also mit 2,50 kg H_2SO_4 entsprechend 3,7 kg 53° Bé einsetzt. Der Verfasser fügt dann diesem Vergleiche noch eine Selbstkostenberechnung über die in diesem Tangentialsystem erzeugte Säure hinzu. —

Wir lassen es ganz dahin gestellt, ob die erstere Leistung bis dahin dauernd vorteilhaft erreicht worden ist, da die der Meyerschen Broschüre angehefteten Zeugniskopien dieses nicht ausweisen, und räumen ferner Herrn Dr. Meyer auch ein, daß es tatsächlich wohl noch einige Oblongsysteme gibt, welche derartig ungünstig arbeiten, wie der Verfasser es angibt, obschon diese, soweit deutsche und österreich-ungarische Schwefelsäurefabriken in Frage kommen, heute sehr selten sein dürften. In Frankreich und in der Mehrzahl der spanischen und italienischen Fabriken arbeitete man schon seit Jahren ganz wesentlich vorteilhafter, dank der Bemühungen des Mitverfassers dieses Aufsatzes, des Ingenieurs F. Benker in Paris. Wir verweisen bezüglich dieses Punktes auf Lunges Aufsatz in dieser Z. 1902, 152.

Wir erkennen es ferner gern an, daß Herr Dr. Meyer bei seiner Konstruktion gegenüber den alten Oblongkammern mit großer Breite und relativ geringer Höhe einen beachtenswerten Fortschritt gemacht hat, indem er bei derselben die sogen. toten Räume vermeidet, welche bei derartig falsch konstruierten Bleikammern stets mehr oder weniger vorhanden sind. Übrigens kommen wir auf diesen Punkt weiter unten zurück. — In diesen toten Räumen, in denen also nur eine sehr unvollkommene Reaktion vor sich geht, dürfte wahrscheinlich in der Hauptsache die Ursache zu suchen sein, wenn Dr. Meyer zu derartig niedrigen Leistungen für das Oblongsystem kommt, wie er sie seinem Vergleiche zugrunde legt. In vielen Fällen liegt aber auch der Grund einer derartig niedrigen Produktion in anderen Ursachen: im Mangel an richtigen und ausreichenden Zugverhältnissen, in falsch konstruierten Öfen, in Fehlern in der Konstruktion des Glovers und der Gay-Lussactürme, in falsch angeordneten Verbindungsröhren zwischen den einzelnen Teilen der Anlage oder auch endlich darin, daß man sich über die Wege nicht im klaren ist, die gestatten, auch in solchen alten Oblongkammern gute Produktionen und eben solche zu erreichen, wie sie Dr. Meyer für das modernste Tangentialsystem einsetzt. Wir können Dutzende derartiger

¹⁾ Vgl. S. 477 dieser Z.

Systeme aufführen, die wir in den letzten Jahren umgebaut haben, und bei welchen es uns mit sehr geringen Kosten und mit geringer Mühe gelungen ist, eine Erhöhung der Produktion um 50, 80 und selbst 100% zu erzielen, ohne an den Bleikammern auch nur das geringste abzuändern. Wo aber die Erhöhung dieses Prozentsatzes nicht erreicht wurde, fehlte es in fast allen Fällen an den Öfen, indem sich dieselben entweder wegen der lokalen Verhältnisse nicht vergrößern ließen; oder aber die Öfen waren von vornherein unrichtig konstruiert, namentlich auch im Hinblick auf einen wichtigen Teil, die Staubkammer. — Wenn Herr Dr. Meyer daher seinen Betrachtungen eine Leistung von nur 2,5 kg H_2SO_4 , entsprechend 3,7 kg 53° Bé. zugrunde legt, und wenn er dabei noch ein Oblongsystem mit verhältnismäßig günstigem Querschnitt einsetzt, so unterliegt es nach unseren langjährigen Erfahrungen keinem Zweifel, daß sich auch bei diesem System eine wesentlich höhere Leistung erreichen ließe, vorausgesetzt, daß keine Fehler in der Konstruktion und in der Anordnung der sonstigen Teile dieser Anlage vorliegen, und daß auch event. die Ofenanlage eine Vergrößerung zuläßt. Diese Annahmen sind aber bei einem derartigen Vergleiche, wie er von Dr. Meyer gezogen wird, ohne weiteres zu konzedieren, zumal Meyer diesem Oblongsystem ein mit allen Vorzügen ausgestattetes Tangentialsystem gegenüberstellt. — Wir fabrizieren tatsächlich und seit Jahren in vielen derartigen alten Oblongsystemen 6—7 kg Kammersäure von 53° Bé., d. h. also wir erreichen leicht und übersteigen häufig die Produktion der modernsten Tangentialkammern und dürfen danach wohl mit Fug und Recht und in Übereinstimmung mit vielen Schwefelsäurefabrikanten behaupten, daß die Konstruktion dieser alten Oblongkammern doch nicht so schlecht und ungünstig ist, wie es nach der Meyerschen Abhandlung den Anschein haben könnte. Es erhellt hieraus aber auch ferner, daß der Meyersche Vergleich bezüglich der Ersparnisse des Tangentialsystems gegenüber dem Oblongsystem absolut keinen Anhalt gewährt.

Die Selbstkostenberechnung der nach dem Tangentialsystem erzeugten Säure, bei der Herr Dr. Meyer zu einem Gesteignispreise der Kammersäure von 13,52 M per ton 50° Bé. Säure kommt, möchten wir keiner näheren Kritik unterziehen: es ist wohl ausgeschlossen, daß Schwefelkies mit 49% Schwefel heute zu 1,40 M per 100 kg zu haben ist, und ferner ist keine Fabrik in der Lage, sich die 36° Bé. Salpetersäure zu 16 M herzustellen, geschweige denn, sie zu diesem

Preise zu kaufen, wie es doch von vielen Schwefelsäurefabriken geschieht.

Wir gehen nun zu unseren neuesten Konstruktionen von Oblongkammern über. Es ist von diesen wohl hinlänglich bekannt, daß wir in ihnen leicht auf 8 kg 53° Bé. Säure und höher kommen (vgl. darüber Lunge, diese Z. 1902, 152 und unsere Abhandlung in dieser Z. 1903, 36), wenn nur das System nicht zu groß ist, und die durch die Reaktionen hervorgerufene Wärme noch durch die Wände in genügendem Maße abgeführt werden kann. Wir lassen hierbei die durch unsere Kaltwasserzerstäubung absorbierte Wärme gänzlich außer Betracht, da die Steigerung der Produktion pro cbm Kammerraum bei sonst richtiger und sachgemäßer Konstruktion und bei sonst richtigen Verhältnissen der Gesamtanlage von der Größe der Bleiwände, d. h. von dem richtigen Verhältnisse zwischen Wärmeerzeugung und Wärmeableitung abhängt. — Nun verkennen wir nicht, daß dieser Effekt mittels künstlicher Abkühlung, wie beispielsweise durch das Gilchrist'sche Röhrensystem oder durch die von Dr. Meyer vorgeschlagenen und in die Kammern eingehängten Röhren mit Kaltwasserzirkulation noch erhöht werden kann, und daß sich damit auch wahrscheinlich die Leistung pro cbm Kammerraum auch noch erhöhen wird. Allein, es erscheint uns sehr zweifelhaft, ob dieser Weg noch rationell ist, und ob die Unkosten für die komplizierte Meyersche Einrichtung und deren nicht ausbleibende Reparaturen, sowie das häufige Reinigen dieser Röhren nicht höher zu stehen kommen, als die Mehrkosten eines etwas größeren Kammerraumes, der denselben Zweck ohne Störungen und ohne Betriebskosten in sicherer Weise zu erreichen gestattet (vgl. auch darüber Lunge, diese Z. 1902, 153). Zudem ist hier nicht zu vergessen, daß eine dauernde Abkühlung mittels solcher Bleiröhren nur dann zu erreichen ist, wenn man über reines, so zu sagen destilliertes Wasser verfügt, von dem man sicher ist, daß es keinen Kesselstein absetzt. Uns will nach dieser Richtung die erwähnte Gilchrist'sche Methode, bei welcher die Kühlung durch kalte Luft erfolgt, schon besser gefallen; dieselbe hat sich in zahlreichen amerikanischen Fabriken und hier in einer größeren rheinischen Schwefelsäurefabrik gut bewährt.

In erster Linie — und das ist doch der Kardinalpunkt, auf den alle Bestrebungen zur Verbesserung des Bleikammersystems in seinem Kampfe mit den Kontaktverfahren hinauslaufen — kommt es dem Schwefelsäurefabrikanten darauf an, daß er sich seine

Säure so billig als möglich darstellt. Wenn sie daher bei dem einen System unter sonst gleichen Bedingungen für die Rohmaterialien und Arbeitslöhne um einen Pfennig billiger zu stehen kommt, als bei dem anderen, so ist das erstere vorzuziehen, sei es nun ein Oblongsystem alter oder neuer Konstruktion oder ein Tangentialsystem modernster Konstruktion. — Wie verhält sich nun dieser Tatsache gegenüber das Meyersche System?

Es scheint, daß das Tangentialsystem, soweit der Verbrauch an Blei pro cbm Kammerraum in Frage kommt, einen nicht zu leugnenden Vorteil besitzt, jedoch kommt diese Frage hier nicht allein in Betracht, sondern es sind auch die Konstruktionskosten der Anlage, die später nicht ausbleibenden Reparaturen und deren Ausführung und ferner und vor allem die Fragen zu berücksichtigen, ob in einem Tangentialsystem pro cbm Kammerraum die gleichen oder höhere Schwefelsäuremengen mit gleichen Fabrikationskosten zu erreichen sind, wie beim Oblongsystem und endlich, ob es überhaupt möglich ist, ein Tangentialsystem mit den für den Kammerprozeß vorteilhaftesten Leistungen von 30—40 Tons per Tag, also mit höheren Leistungen unter günstigen Bedingungen zu betreiben.

Was zunächst die Konstruktion angeht, so dürfte es ohne weiteres einleuchtend sein, daß oblonge Kammern von 5,5—6,0 m Breite und 10 m Höhe leichter zu bauen sind, als runde Kammern, zumal Meyer nach seinen jüngsten Mitteilungen jetzt solche von 15 m Höhe anstrebt. Ebenso liegt es auf der Hand, daß die Kammergerüste bei den Oblongkammern viel einfacher und ganz bedeutend billiger zu stehen kommen. Wir finden hierfür eine Bestätigung in Meyers eigenen Ausführungen, wonach das Gerüst für seine Kammern aus zwei oder mehreren in besonderer Weise versteiften Stockwerken zusammengesetzt werden soll. — Auch das innere während der Montage erforderliche Kammergerüst gestaltet sich bei unserer Ausführung einfach und billiger. Endlich wird der Raum des Gebäudes bei Oblongsystemen auch vorteilhafter und besser ausgenutzt, da die durch die Rundungen der Tangentialkammern entstehenden unbenutzten Grundflächen der Kammerböden und damit auch des Gebäudes selbst gänzlich fortfallen. Zweifelsohne stellen sich auch die Arbeitslöhne für die Bleilöter bei unserer überaus einfachen Konstruktion niedriger.

Was sodann die Reparaturen angeht, so dürften bezüglich dieser wichtigen Frage mit den Tangentialkammern noch keine praktischen Erfahrungen vorliegen, da das älteste

derartige System unseres Wissens erst im Jahre 1900 in Betrieb kam. — Bei Oblongkammern unseres Systems, bei welchem die aufrecht stehenden Stützen 1,6 bis 2 m auseinanderstehen, ist man ohne Entfernung der Kammersäure und ohne Reinigung der Kammern in der Lage, schon ziemlich große Stücke der Wände zu ersetzen, was unseres Erachtens bei Tangentialkammern mit zylinderförmiger Oberfläche jedenfalls äußerst schwierig, wenn nicht ganz unmöglich ist, zumal die Reparaturen bei dieser Konstruktion stets von innen auszuführen sein dürften. — Eine fernere, sehr große Schattenseite des Tangentialsystems ist dann das Abzugsrohr für die Gase, von welchem sich ein großer Teil unter dem Kammerboden befindet, und dessen Ausgang selbst in dem letzteren angeordnet ist. Nun ist es aber einem jeden in der Praxis stehenden Schwefelsäure-Techniker bekannt, daß die Verbindungsrohre zwischen den einzelnen Kammern am meisten reparaturbedürftig, und daß diese Rohre während der langen Dauer eines Bleikammer-systems häufig zu ersetzen sind. Um dieses beim Tangentialsystem zu bewerkstelligen, ist unter allen Umständen eine vollständige Reinigung der Kammern nötig: es entsteht also jedesmal eine längere Unterbrechung des Betriebes und ein Stillstand des ganzen Apparates. Wir lassen die Frage eines plötzlichen Bruches des Bodens an dieser schwachen Stelle und damit das Auslaufen der ganzen Kammer ganz unberührt, obschon dieser trotz verstärkter und verdoppelter Ausgangsröhren zweifelsohne leicht vorkommen kann. — Bei einem Oblongsystem fallen alle diese schwerwiegenden Übelstände gänzlich fort; die Reparaturen und die Ersatzstücke der Verbindungsrohre können sämtlich von außen und ohne irgend welche Gefahr fertig gestellt werden. —

Wir kommen dann zu dem wichtigsten Punkte: der Leistungsfähigkeit beider Systeme.

Bei unseren Oblongkammern mit geringer Breite und bedeutender Höhe kommt ein sogen. toter Raum nicht mehr vor; wir hatten dieses Ziel schon lange vor Bekanntwerden der Tangentialkammern erkannt und praktisch ausgenutzt. Die nach dem Abrahamschen Gesetze durch die Abkühlung längs der Bleiwände in Bewegung gesetzten Gasmassen in fallender und steigender Strömung (vgl. unsere Abhandlung in dieser Z. 1903, 861) füllen den gesamten Querschnitt der Bleikammern aus. Damit wird das oben angegebene Ziel einfach und in absolut sicherer Weise erreicht. In den hierdurch entstehenden Spirallinien nimmt die vorhandene schweflige Säure nach und

nach von vorn nach hinten regelmäßig ab, und schließlich ist sie am Ende des Systems so spärlich geworden, daß die Gase für die Absorption der nitrosen Dämpfe in den Gay-Lussactürmen die richtige Zusammensetzung haben. In der Zusammensetzung dieser Endgase liegt aber der wichtigste Anhaltspunkt für eine richtige Fabrikleitung: nur dann wird die Nitrose in den Gay-Lussactürmen vollständig zurückgehalten, nur dann wird das Ergebnis an Schwefelsäure ein Maximum erreichen, und nur dann wird dadurch eine vorteilhafte Fabrikation gesichert sein, wenn die Minimalgrenze an schwefliger Säure am Ende des Systems und vor deren Eintritt in die Gay-Lussactürme in vollkommener Weise erreicht worden ist.

Wie verhalten sich dem gegenüber die Tangentialkammern? Auch bei diesen wird sich die natürliche Bewegung der Gase nach dem Abrahamschen Gesetze geltend machen, auch hier werden steigende und fallende Gasströme entstehen; auch bei dieser Konstruktion wird die Reaktionswärme von den Seitenwänden und von der Decke durch Ausstrahlung entzogen und auch hier verursacht dieses unumstößlich einen Unterschied in den Temperaturen und in der Dichte der Gase, welche notwendigerweise zu deren Aufsteigen im Zentrum und zu ihrem Herabsinken an den Kammerwänden führen muß. Wir glauben, daß Dr. Meyer aus diesem Grunde — ob bewußt oder unbewußt, lassen wir dahingestellt — zu hohen Kammern übergegangen ist, die wir, entgegen gesetzt seiner Ansicht, nicht erst neuerdings, sondern schon seit Jahren benutzten. (Vgl. Lunges Handbuch der Schwefelsäurefabrikation, III. Aufl., 397.)

Diesen Abrahamschen Spirallinien werden aber durch die Tangentialbewegungen der Kammergase derartige Widerstände entgegengesetzt, daß sich unseres Erachtens unbedingt noch Gase mit reichem Schwefelsäuregehalt mit den Abzugsgasen mischen, und diese unsere Ansicht wird dadurch erhärtet, daß Dr. Meyer seinem modernsten Zweikammer-Tangentialsystem, welches mit allen Hilfsmitteln für eine intensive Produktion ausgerüstet ist, zwischen der letzten Kammer und dem Gay-Lussacturme noch eine bis unter das Dach des Gebäudes reichende und dann wiederum nach dem Gay-Lussacturme abfallende vertikale Rohrschleife angliedert, welche durch eine große Anzahl eingelöteter nach unten ausgezackter Bleiröhren zu einem Gradierwerke ausgebildet ist und dadurch noch einen großen Teil der in den Endgasen enthaltenden Schwefelsäure kondensieren soll. Nach unserer Meinung ist dieses eine etwas komplizierte Kammerkonz-

struktion, und wenn Meyer die Befürchtung wegen der Bildung von größeren Mengen von Schwefelsäure an dieser Stelle seines Systems hat, wie sie tatsächlich nach unseren Ausführungen begründet ist, so wäre es dann schon zweckmäßiger, ganz weite Zylinder von 15—20 m Durchmesser anzuordnen; damit kommt man aber zu den bekannten Ringkammern der Herren E. & F. Delplace in Paris (engl. Patent Nr. 5058, 1890), welche von diesen selbst schon lange wieder aufgegeben sind. Nach Mitteilung von Lunge wird in derartigen Ringkammern nicht mehr erreicht, als in gewöhnlichen Bleikammern von gleichem Kubikinhalte.

Auch durch eine größere Anzahl von Zylindern ist obigem Übelstande nicht abzuhelpen, um so weniger, da Meyer doch bei seinen modernsten Systemen den ganzen Prozeß in einer einzigen Arbeitskammer erledigen will: die Bildung von Schwefelsäure wäre in dem ersten Zylinder so groß, und es würde eine derartige Temperaturerhöhung erfolgen, daß die Fabrikation trotz Wasserzerstäubung und trotz Wasserkühlung ohne einen übermäßigen Verbrauch an Salpetersäure nicht mehr möglich und daher nicht mehr rentabel sein würde.

Wir kommen danach und gestützt auf die der Meyerschen Broschüre angehefteten Zeugniskopien, welche dem unparteiisch Urteilenden doch ausschließlich einen Anhalt über die tatsächlich und in der Praxis erzielten Resultate gewähren, zu dem Ergebnisse, daß die Form und damit das Prinzip der Meyerschen Tangentialkammern die vorteilhafteste Fabrikation ganz ungemein erschwert, und sind wir der Ansicht, daß die Grenze einer solchen — denn diese kommt doch allein für den Fabrikanten in Betracht — bei ca. 6—6,5 kg 53° Bé. Säure zu ziehen ist.

Die letzte Frage endlich, ob bei Tangentialsystemen überhaupt große Produktionen erreicht werden können, ist damit bereits teilweise im vorstehenden beantwortet. — Handelt es sich um Leistungen von 25—30 tons Kammersäure täglich, welche bekanntlich die vorteilhaftesten für den Betrieb sind, so geben wir der ersten Oblongkammer eine Länge von ca. 30 m — bei größeren Leistungen eine solche bis zu 50 m — damit die am Anfange der Kammer entstehende Wärme sich auf einen großen Raum verteilt, und zwar mit genügenden, zur Abkühlung der Gase unbedingt erforderlichen Bleiwänden, auf welche wir trotz Wasserzerstäubung den größten Wert legen. Bei Tangentialkammern hingegen wird diese Wärme wie bereits gesagt, in dem ersten Zylinder

bleiben, und wird damit nicht nur ein großer Verbrauch an Salpetersäure, sondern auch eine schnelle Abnutzung des Apparates unumgänglich verbunden sein. —

Wir glauben danach, genügend Gründe angeführt zu haben, welche uns bestimmen, die alte Form der Bleikammern den Meyer'schen Tangentialsystemen vorzuziehen. — Wir sind gleichzeitig mit vorstehenden Ausführungen den vielseitig geäußerten Wünschen unserer Freunde nachgekommen, unsere Ansicht über diese Konstruktion zu äußern. Der Erfinder derselben ist verschiedentlich bemüht gewesen, uns zu einem Versuche seiner Konstruktion in Verbindung mit unseren bewährten Spezialeinrichtungen für den Bleikammerprozeß zu bewegen; da wir aber, wie gesagt, das Prinzip dieser Konstruktion nicht für vorteilhaft halten, so haben wir uns im Interesse unserer Kundschaft nicht zu einem derartigen Versuche entschließen können, namentlich auch im Hinblick darauf, daß der Erfolg bezüglich der Leistung und der sonst in Frage kommenden vielseitigen Gesichtspunkte bis dahin auf Seite der Besitzer der alten Kammerkonstruktion und auf unserer Seite war, trotz der von Herrn Dr. Meyer geschmähten alten Oblongkammern, von unseren neueren Kammerkonstruktionen gar nicht zu reden. —

Schwefelbestimmung in Calciumcarbid.



Von Ingenieur Hj. LIDHOLM.

(Eingeg. d. 22./2. 1904.)

Unter den Verunreinigungen des Handelscarbids ist der Schwefel eine der wichtigsten, da er das aus dem Carbid hergestellte Acetylen verunreinigt. Er kommt hauptsächlich als Calcium- und Aluminiumsulfid vor, von denen das letztere von Wasser momentan in Schwefelwasserstoff und Hydroxyd zersetzt wird; auf Schwefelcalcium wirkt kaltes Wasser beinahe nicht ein. Ein Carbid mit viel Aluminiumsulfid gibt also mit kaltem Wasser ein schwefelwasserstoffreicheres Gas als ein Carbid mit wenig Aluminiumsulfid, auch wenn die beiden Carbide gleich viel Schwefel enthalten. Um also die Qualität des Carbids beurteilen zu können, wäre es ja ideal, wenn man den Schwefel jedes der beiden Sulfide getrennt bestimmen könnte, aber noch weitere Umstände müssen berücksichtigt werden. Mit warmem Wasser wird auch Calciumsulfid zersetzt, nachdem es zuerst Calciumsulfhydrat gegeben hat, und dann geht auch ein Teil seines Schwefels in das Acetylen. In der Praxis, d. h. in Acetylenentwicklern, und namentlich in solchen schlechter Konstruktion wird das Wasser erheblich erwärmt, und somit trägt auch das Calciumsulfid dazu bei, schwefelwasserstoff-

haltiges Acetylen zu geben. Aus diesen Gründen bedeutet es nicht so viel, daß man die beiden Sulfide nicht leicht trennen kann, obwohl dies das beste wäre, aber die Wichtigkeit der Gesamtschwefelbestimmung springt sofort ins Auge. Den Schwefelgehalt des Acetylens zu bestimmen, um das Carbid zu beurteilen, wie es bisher üblich war, ist natürlich nicht so gut, da die Entwicklungstemperatur nicht reguliert werden kann. In der letzten Zeit, speziell seit dem Internationalen Kongresse für angewandte Chemie im Juni 1903, bei welcher Gall seine Methode vorführte, hat auch der Deutsche Acetylenverein¹⁾ die Frage aufgenommen.

Nach Gall wird der Schwefel des Carbids in folgender Weise bestimmt. Das Carbid wird in Wasser geworfen, der Schwefel soll quantitativ in der Kalkmilch bleiben, wenn man genügend Wasser nimmt, und kann nach vollständiger Oxydation als Baryumsulfat bestimmt werden. Diese Methode aber scheint mir nicht einwandfrei zu sei. Erstens ist es wohl zweifelhaft, ob aller Schwefelwasserstoff im Wasser zurückgehalten wird, und zweitens muß man die Schwefelsäure aus einer sehr verdünnten Lösung fällen. Nach der Oxydation ist der Schwefel nämlich als Calciumsulfat vorhanden, und nach Zusatz von Salzsäure, um das Calciumhydroxyd zu lösen, ist eine sehr große Wassermenge erforderlich, um das Calciumsulfat in Lösung zu bringen, da es in einer Chlorcalciumlösung natürlich sehr schwerlöslich ist. Die Calciumionen des Chlorids drängen die Konzentration derjenigen des Sulfats beträchtlich zurück.

Da ich in der Carbidindustrie tätig bin, habe ich eine genauere Methode zu finden gesucht. Daß mir dies gelungen ist, wird aus dem Folgenden hervorgehen. Die Grundgedanken, die mich dabei leiteten, waren: Da Carbid mit Wasser auch organische Schwefelverbindungen gibt, wäre es wünschenswert, das Carbid erst zu zerstören, dann den Schwefel mit Säuren auszutreiben und den Schwefelwasserstoff aufzufangen. Die Zerstörung des Carbids kann dadurch erzielt werden, daß man das Carbid mit bestimmten Salzen schmilzt, die für diesen Fall natürlich schwefelfrei sein müssen. Nitrate sind ungeeignet, weil sie den Schwefel in Schwefelsäure überführen; auch ist Bestimmung der Schwefelsäure in einer Lösung, die größere Mengen Nitrate enthält, unmöglich ohne vorhergehende Zerstörung der Nitrate. Chlorcalcium zersetzt wohl das Carbid beim Schmelzen, aber die Temperatur, die erforderlich ist, um die Masse flüssig zu halten, ist so hoch, daß auch dieses Salz sich nicht eignet. Natriumkaliumcarbonat versagt aus denselben Gründen; wenn man aber dem Carbonat Ammoniumchlorid beimischt, das sich beim Erhitzen dissoziiert und Chlorwasserstoff an die Schmelze abgibt, wird die Reaktionsmasse sehr leichtflüssig, und das Carbid wird unter Kohlenstoffabscheidung zersetzt. Der Schwefel, welcher

¹⁾ Acetylen in Wiss. und Ind. 6, 260 (1903).