

Zur Verhinderung von Blasenbildung beim Verbrennen empfiehlt es sich, das Material gleichmäßig auf dem Boden des Schiffchens zu verteilen.

Wenn etwa in den Blasen unverbrannter Kohlenstoff eingeschlossen ist, so wird er der Oxydation entzogen und kommt nicht zur Messung, wodurch der Befund zu niedrig ausfällt.

Die sich bildenden Rauch- und Staubwolken sind flüchtig gewordenes Eisenoxyd, welches der Schmelztemperatur entsprechend mehr oder weniger auftritt. Sobald sich keine Eisenoxyddämpfe mehr bilden, hat man die Gewissheit, daß aller Kohlenstoff zu Kohlensäure verbrannt ist. Man überzeuge sich immer am Schluß der Operation im Periskop, ob die Eisenoxyddämpfe gänzlich vertrieben sind.

Bei Ferrolegierungen wendet man meistens ein Sauerstoff abgebendes Aufschlußmittel an. Als solches hat sich Wismutoxyd recht gut bewährt. Es ist, weil nicht ganz kohlensäurefrei, vor dem Gebrauche im Schiffchen zu glühen.

Der Zuschlag eines weichen Normalstahles von bekanntem Kohlenstoffgehalt befördert die Verbrennung und ist bei schwer schmelzbaren Ferrolegierungen als zweckmäßig zu empfehlen. Zu 1 g des zu untersuchenden Materials verwendet man 1 g Normalstahl als Zuschlag, oder man steigert das Quantum des Zuschlages dem Bedürfnis entsprechend.

Die Aufstellung des Ofens geschieht zweckmäßig so, daß man in derselben Stellung, wie man den Gasapparat bedient, die Verbrennung im Periskop beobachten kann.

Letzteres ermöglicht die Beobachtung in aufrechter Stellung unter bedeutender Vergrößerung, wobei die Entfernung des Auges vom Okular die Schärfe der Beobachtung nicht im geringsten beeinträchtigt. Durch ein Neigen des Periskops nach der Seite kann man es der jeweiligen Stellung anpassen. Sollte der Sauerstoff Kohlenoxyd enthalten, was jedoch selten zutrifft, so ist eine besondere Glühvorrichtung den Reinigungsgefäß vorzuschalten. Das Kohlenoxyd muß erst in Kohlendioxyd ( $\text{CO}_2$ ) verwandelt sein, um absorbiert zu werden. Man überzeuge sich am besten durch einen blinden Versuch (gasvolumetrisch oder gewichtsanalytisch), ob etwa Kohlenoxydgas ungebunden durch die Reinigungsgefäß gegangen ist. Die erwähnte Glühvorrichtung besteht aus einem Verbrennungsrohrchen, welches mit Platin oder Palladium bestückt ist und mittels Flachbrenner mäßig erhitzt wird.

Glühvorrichtungen zum Verbrennen des Kohlenoxyds zu -dioxyd werden bei den meisten Hüttenwerken nicht angewandt.

Diese Vorsichtsmaßregel wird aus dem Grunde übergangen, weil der Sauerstoff selten Kohlenoxyd enthält. Es handelt sich außerdem in dem Falle nur um geringe Spuren von Kohlenoxyd.

An Hand von Normalstählen kann man stets die Arbeitsweise prüfen.

Temperatur und Barometerstand werden meistens nicht berücksichtigt. Bei erheblichen Abweichungen von der der Graduierung der Bürette zugrunde gelegten Temperatur und dem Barometerstand empfiehlt es sich, beides zu beobachten und bei der Berechnung eine besonders für diesen Zweck hergestellte Umrechnungstabelle zu benutzen.

Sehr wichtig für eine normale und genaue Arbeitsweise ist die Verhinderung von Zugluft während der Operation. Der Apparat ist deshalb durch eine besondere Erfindung dahingehend verbessert, daß er gegen Luftschwankungen den denkbar größten Schutz gewährt.

Die Kohlenstoffbestimmung wird auf folgende Weise ausgeführt:

Nachdem alle Teile des Apparates miteinander verbunden sind, wird der Ofen auf etwa  $1150-1200^\circ$  erhitzt, indem der Strom bei teilweise eingeschaltetem Widerstand geschlossen wird. Dann leitet man Sauerstoffgas durch den Apparat, um die sich darin aufhaltende Luft zu verdrängen. Diese Vorsichtsmaßregel wird nur angewandt, wenn der Apparat längere Zeit gestanden hat, und erübrigts sich bei hintereinanderfolgenden Analysen.

Man wäge dann 1 g Substanz ein, sofern der Prozentsatz der Probe in dem Meßbereich der Bürette liegt. Im anderen Falle müßte

die Einwage dem Kohlenstoffgehalt des Materials entsprechend vermindert werden. Zur Aufnahme der Probe dient ein Porzellanschiffchen, welches mittels Messingstäbchens an der geöffneten Seite des Porzellanrohres bis zur Mitte des Ofens eingeführt wird. An dem Stäbchen macht man zweckmäßig ein Zeichen, damit man weiß, wie weit das Schiffchen eingeschoben werden muß.

Nachdem das Schiffchen möglichst schnell eingesetzt ist, wird das Porzellanrohr wieder geschlossen, der Hahn am Gasapparat in Verbindung zum Ofen gebracht und die Niveauflasche nach unten gestellt.

Dann lasse man vorsichtig Sauerstoff durch den Apparat strömen, dessen Zufuhr der Verbrennung entsprechend durch Beobachtung im Periskop reguliert werden muß. Die Verbrennung dauert etwa eine Minute.

Sobald von der Flüssigkeit in der Bürette etwa  $1/4$  verdrängt ist, tritt gewöhnlich die Verbrennung ein, was in dem Periskop genau festgestellt werden kann. Das Wasser in der Bürette bleibt dann eine kurze Zeit stehen, weil aller Sauerstoff absorbiert wird.

Dann sinkt der Wasserspiegel weiter. Sobald derselbe das Ende der Skala erreicht hat, schließt man den Hahn durch eine Umdrehung nach der Kühlenseite hin. Hierauf stelle man die Sauerstoffleitung ab.

Jetzt wird die Niveauflasche nahe an die Meßröhre herangebracht und so eingestellt, daß der Wasserspiegel der Niveauflasche mit dem Wasserspiegel in der engen Meßröhre genau gleich steht. Hierauf bringe man den Nullpunkt der Meßschiene mit dem Wasserspiegel im Meßrohr und dem Wasserspiegel in der Niveauflasche in gleiche Höhe.

Dann wird der Hahn nach rechts zum Absorptionsgefäß hin geöffnet, und die Niveauflasche ganz hochgestellt oder gehoben. Hierbei werden alle Gase aus der Bürette in das Absorptionsgefäß geleitet, und die Kohlensäure wird hierbei absorbiert.

Dann schiebt oder hält man die Niveauflasche ganz tief, so daß alle Gase wieder in die Bürette zurück gedrückt werden. Vorsichtshalber wiederhole man diese Absorption, weil sich immer noch Reste von Kohlensäure im Apparat aufhalten können, die beim zweiten Überführen der Gase sicher zur Absorption gelangen.

Es ist darauf zu achten, daß die Selbstverschlußventile der Gefäße beim Einstellen und Absorbieren genau schließen.

Hierauf wird der Wasserspiegel der Niveauflasche mit dem Wasserspiegel der Meßbürette in eine Ebene gebracht. Man lese jetzt die Skala ab, welche sich mit den beiden gleich hochstehenden Wasserspiegeln in Meßrohr und Niveauflasche in gleicher Höhe befindet. Die betreffende Ziffer gibt den Prozentgehalt an Kohlenstoff an. Sie bezeichnet das Quantum Kohlensäure, welches aus den Verbrennungsgasen absorbiert worden ist, und damit den Kohlenstoffgehalt des Prüfungsmaterials berechnet auf 1 g.

Die Berechnung unter Beobachtung der Temperatur und des Barometerstandes geschieht durch einfache Multiplikation unter Zuhilfenahme einer besonderen Tabelle.

Oder man umgeht die Berechnung und nimmt statt 1 g die der Temperatur und dem Barometerstand entsprechende Tabellenzahl als Einwage. —

Der Apparat wird von der Firma Ströhlein & Co., Düsseldorf. Aderstr. 93, vertrieben.

[A. 69.]

## Berichtigung zum Aufsatz: Eine häufige Fehlerquelle bei Generatorgasanalysen.

Von Alfred Kropf.

Auf S. 178, linke Spalte, 5. und 6. Zeile von unten, lies:

Stand vor der Verbrennung: 14.8 ccm (statt 0,0 ccm).

Stand nach der Verbrennung: 42,0 ccm (statt 27,2 ccm)

Gesamtkontraktion = 27,2 ccm.