

I. mezinárodní sjezd pro užítou chemii.

Berlín 2. - 8. čer. 1903

Žurnál, sv. 68-70.

uto má slovo pan František Wald, Gladno (Čechy)
Nový přístroj na určování kysové pomoci vodíku
v železe a jiných kovech.

Teoreticky správná, pro praktici ale dlouhotrvající a zdolná-
vá metoda Ledeburava byla pozmeněna. Trubicí z rozta-
veného křemíku (Harcus) tvoří spoj^{ku} čtyř^{ech} čtverců, potažen^á
několikrát zlem^{ěním} ~~trubicí~~ slouží k určení zhuštěného ma-
terialu; je spojena gumovými trubicemi a skleněnými ku-
bickými smíchávacími nádobkami se sklen^ě, s ordem pumpou
a s aparátou na vodík. Vzdruhu zhuštěný přístroj napl-
ní se vodíkem a uzavře sklen^ě; zřídíme kované pily,
jež se nachází v jednom rohu čtverce, při němž svítlé
rameno čtverce funguje jako komíněk. Současně chlaze-
mí druhého ramene měří elektrický a ultraviolet^{ový}
přístroj pnutí cirkulaci vodíku a vyřizování^m (vyřizování
mí vody).

U stanovování uvořené vody dáme křem. trubici do rohu
studené vody lázně a měříme tlak, při kterém sklen^ě

- 2 -

dostupní měřicí značky. Při zkrácení lázeň k vlně a
známé stanoviště hluk; za nepřítomnosti vlny měřené
stanoviště hluk vyhoví ze změřených teplot podle za-
kona Gay-Lussaca. Byly-li jen křehké vlny přítomny,
vzhledem značným přetlak; používáme-li jiné nádoby jako
kompensátor, měřené rozdíl hluk přímo odečísti.
Mě-li křehké kulička po změřeném obsahu 15 cc, tak při na-
větce 1 g látky, vzhledem po každém setinu křehké rozdí-
l v hluk asi 10 mm. Tvorí se též nivořák, což je však bez
významu.

Ustázejí se pokusy při odstraňování stavených
pilin z kulice; stavení předejde se přidáním 15 g či-
stého karbonádu; přesto připravené se změna, která
dovolí odstranění pilin rozpouštěním kyselinami.

Pozprava: Pan A. Vít, Friedensbütte, vypráví na
přednášejícího doba, zda zkonstka před pokusem byla
vyžehána v dušičce, což je záporně zodpovězeno. Řečnické
převádí pozornost na výši obsahu uhlíku, který podle
ledeburny metody může zvýšit obsah křehké, než
je ve skutečnosti přítomno, na což již Romanoff
poukázal.

Pan prof. E. Zeyn: Až na to co bylo ke stavení křeh-
ké v takových kovech a slitinách, jež dovolují dobiti

Stahl und Eisen, Jahrg. 1903.

Band 2, Seite 847.

V. Internationaler Kongress
für angewandte Chemie zu Berlin
am 2. bis 8. Juni 1903.

(Schluß von Seite 799.)

Franz Wald-Kladno sprach über einen
Neuen Apparat zur Sauerstoffbestimmung im Eisen
und anderen Metallen mittels Wasserstoff.

Der Apparat ist in Abbildung 1 dargestellt. Das
rahmenförmige Rohr A ist von der Firma Heraeus
aus Bergkristallglas hergestellt; bei a erfolgt die Ein-
führung der Metallspäne (10 bis 20 g). Das Rohr A
wird nun in gewöhnlicher Weise luftleer gemacht,

dann trockenes Wasserstoffgas an irgend einer Stelle,
etwa bei b, eingeleitet, und dies Verfahren mehrfach
wiederholt, um alle Luft und Feuchtigkeit zu ver-
treiben; sodann beginnt das Erhitzen bei d. Es bildet
sich Wasserdampf, den man nach seiner Kondensation
durch Wägung bestimmen kann. Um aber die dabei
auftretenden Fehlerquellen zu umgehen, hat der Vor-
tragende ein eigenartiges Verfahren ersonnen. Die
Kondensation des Wasserdampfes wird dadurch be-
wirkt, daß das Rohr A in ein Becherglas mit sehr
kaltem Wasser (+ 4°) gebracht wird. Der Queck-
silberfaden in Rohr B soll bei Marke C stehen. Wird
nun das Rahmenrohr in ein Becherglas mit siedendem
Wasser gebracht, so bewirkt die Tension des Wasser-
dampfes eine Verschiebung des Quecksilbertadens, die
eine unmittelbare Ablesung gestattet. 1 mm der Skala
bedeutet ungefähr $\frac{1}{1000}$ %.

An den Vortrag schloß sich eine lebhafte Er-
örterung, innerhalb deren der Vortragende einige
Kontrollzahlen gab und auch dem Einwände begegnete,
daß Kohlenwasserstoffe die Ablesung fälschen könnten.

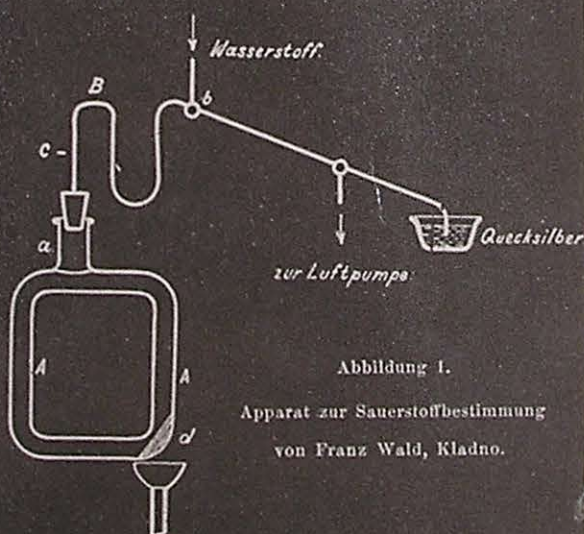


Abbildung 1.

Apparat zur Sauerstoffbestimmung
von Franz Wald, Kladno.

Es möge sich auch Schwefelwasserstoff oder Methan
entwickeln* — es sei dies ganz gleichgültig. Auch
für Stahl mit höherem Kohlenstoffgehalt hält der
Vortragende seinen Apparat für einwandfrei.

In der Diskussion kam auch zur Sprache, daß
die Höhe der angewandten Temperatur oft Einfluß
auf das Ergebnis habe und auch dem Wasserstoff zu
seiner Einwirkung eine gewisse Zeit gewährt werden
müsse. Wald hat mit dem Apparat in Übereinstimmung
mit Ledeburs Veröffentlichungen gefunden, daß der
Sauerstoffgehalt überblasener Chargen etwa 0,25 %
beträgt.

vodík

rtuť

k vývěje

Přístroj pro stanovení
kyslíku podle F. Walda.

2x

nr 23 - 847
Stable n. 12 in 1903

Vide Ch. 29 within 1903 n. 27 n. 1 a 588

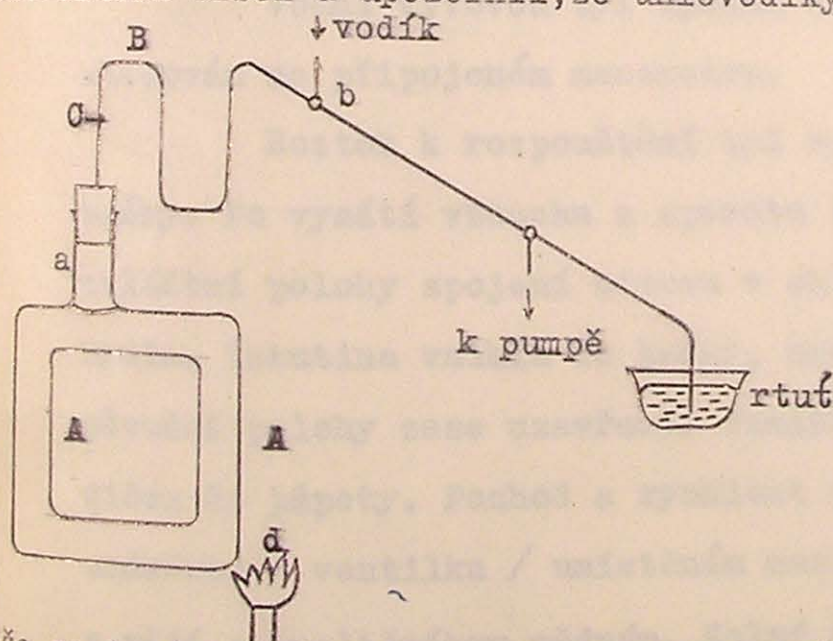
V. mezinárodní sjezd pro užitou chemii
v Berlíně 2.-8. června 1903.

Prof. František Wald - Kladno, referoval o

novém přístroji na stanovení kyslíku v železe a jiných kovech
pomocí vodíku.

Viz obr. 1. Čtvercová roura A je zhotovena firmou Heraeus z kříšťalo-
vého skla, hrdlem a vpravují se piliny do roury (10-20 g). Roura A se
běžným způsobem zbaví vzduchu, pak suchým vodíkem na některém místě,
třeba u b, vypudí se veškerý vzduch a vlhkost (několikrát opakujeme);
a d počneme se žíháním. Tvoří se vodní pára, kterou po kondensaci může-
me vážkově stanovit. Aby se vyhnul chybám s tím spojených, přišel před-
nášející na zvláštní způsob. Kondensace vodní páry dosáhne se tím, že
trubicí A ponoříme do studené vody ($+4^{\circ}\text{C}$). Rtuťové vlákno v trubičce B
má býti u značky C. Ponoří-li se čtvercová roura do vařící vody, tu vod-
ní pára posune rtuťové vlákno a možno přímo odečítati. 1 mm na škále od-
povídá asi 1/1000 %.

Po přednášce následovala živá rozprava, v níž přednášející uvedl několik
kontrolních čísel a upozornil, že uhlovodíky porušují správné odečtení.



Obr. 1.

Přístroj na stanovení
kyslíku od Frant. Walda,
Kladno.

Může se i sírovodík nebo metan vyvinout-což je však bez významu. I pro
oceli s vyšším obsahem C považuje přednášející svůj aparát za bezvadný.
V rozpravě se uplatňoval názor, že i výška použité teploty působí na výs-
ledek a že i vodíku musí býti ponechán určitý čas k reakci. Wald našel se
svým aparátem v souhlase s Ledeburovými uveřejněními, že přefoukané šarže
obsahují asi 0.25 % kyslíku.

fer

Metoda ku stanovení uhlíku v surovém železe a oceli
dle F. W a l d a .

Princip: — Metoda spočívala na stanovení CO_2 vzniklé rozpouštěním vzorku v roztoku kysličníku chromového^v zředěné kyselině sírové.

Ochlazené plyny se vedly přes trubici s mědí a kysličníkem mědným, kde se zadržel kyslík, spálily~~ly~~ uhlovodíky a CO .

Vzniklá CO_2 se stanovila měřením rozdílu tlaků. —

Metoda je dnes jako všechny ostatní C-metody spočívající na rozpouštění, překonána methodou spalovací.

Plynoměrného přístroje lze stále ještě dobře užítí k celkovému rozboru všech plynů.

Popis metody: — Podle obsahu uhlíku se odvažovalo 1 – 2 gr. jemně rozetřeného vzorku, který se vsypal do suché baňky se širokým hrdlem, na kterou se nasazoval chladič.

Vodní vývěvou byl vyssán vzduch z celého aparátu. Tlak sledován na připojeném manometru.

Roztok k rozpouštění byl nalit do rozšířeného hrdla baňky. Po vysátí vzduchu z aparátu utvořeno otočením baňky do zvláštní polohy spojení otvoru v chladiči se žlábkem rozšířeného hrdla. Tekutina vnikla do baňky, načež byla baňka otočením do původní polohy zase uzavřena. Vznikající plyny postupovaly chladičem do pípety. Pochod a rychlost reakce byly pozorovány na uzavěrce / ventilku / umístěném mezi chladičem a spojovací trubicí s mědí a kysličníkem mědným. Volný kyslík byl zadržen mědí, eventuálně vzniklý CO a uhlovodíky spáleny CuO .

Čistá CO_2 byla zachycena v rtuťové pipetě. V kapilárách přístroje zbylý plyn vyssát vývěvou a uveden do pipety.

30047.

Po uzavření tlačky u pipety vpuštěn vzduch do rozpouštěcí baňky, aby nezůstala pod tlakem.

Ještě do teplé spalovací trubice pak uváděn asi 1 litr vodíku k částečnému vyredukování mědi, podtřebné při následujícím stanovení.

Rozpouštění nastalo během 1/2 až 1 hodiny. Po uvedení hlavní části vzorku v roztok vpuštěna do baňky ještě druhá část zvláštního roztoku, který vypudil zadržanou kyselinu uhličitou.

Rozpouštěcí tekutiny:			I	II
	H_2O		3 l	1/2 l
	CrO_3		1600 gr.	20 gr.
	konc. H_2SO_4		1 l	3 l

Rozpouštědla se vyvařovala za uvádění vzduchu zbaveného CO_2 .

Vzniklá CO_2 stanovena ve zvláštním originálním přístroji plynoměrném měřením rozdílu tlaků. Výsledek byl vypočten též původním graphiconem spočívajícím na podobnosti trojúhelníků.

30047

Methode zur Kohlenstoffbestimmung im Eisen, besonders weichstem
Flusseisen.

1895

Von F. Wald, Chemiker des Eisenwerkes Kladno.

Wenn ich es im Titel dieser Mitteilung vermieden habe, die zu beschreibende Methode als eine *n e u e* zu bezeichnen, so liegt dies daran, dass sie in dem, mir unterstehendem Laboratorium mit nur unwesentlichen Modifikationen bereits seit dem Jahre 1895 im täglichen Gebrauche steht und seither bei wenigstens 4000 Analysen verwendet wurde; sie kann daher in dieser Hinsicht wirklich nicht gut als "neu" bezeichnet werden. Die Methode ist in der Ausführung äusserst einfach und sicher, verlangt aber die Anwendung eines etwas eigentümlichen Apparates und auch etwas ungewohnter Operationen, wodurch ich zu einer etwas weitläufigen Beschreibung genötigt bin.

I. Allgemeine Bemerkungen. Die Methode beruht auf einem bekannten Prinzip: Es wird die Probe /ähnlich wie bei H e m p e l s Methode, aus welcher die vorliegende hervorgegangen ist/ im luftverdünnten Raume durch zwei Chromsäure- Schwefelsäuremischungen direkt gelöst, und das *V o l u m e n* der Kohlensäure gemessen. Indessen kann man die Apparate ohne grosse Schwierigkeiten auch zu gewichtsanalytischen Bestimmungen benützen, um sich dadurch z.B. zur Erprobung der Methode selbst oder in anderen wichtigen Fällen eine wirksame Kontrolle verschaffen. Zur sicheren Oxydation der gasförmigen Kohlenstoffverbindungen streichen die Gase über glühendes Kupferoxyd. Um mehrere Apparate gleichzeitig in Gang setzen zu können, ist die Methode so gestaltet worden, dass jeder einzelne Apparat ein Minimum von Bedienung erfordert; es reicht dann auch ein einziger Gasmessapparat für eine ganze Reihe von gleichzeitig gemachten Analysen hin, indem nach beendeter Auflösung der Probe und Auffangen der Gase in je einer besonderen Glocke erst ~~einzelnen~~ die Überführung der Gase in den Messapparat erfolgt.

Als Sperrflüssigkeit dient durchwegs Quecksilber. Die Methode wurde im vorhinein zu dem Zwecke erdacht um *b e s o n -* *d e r s* niedrige Kohlenstoffgehalte, wie sie z. B. in weichstem Flusseisen vorkommen // ~~Als~~ // bequem mit einer praktisch mehr als hinreichenden Genauig-

keit zu bestimmen, doch ist sie auch zur Bestimmung höherer Kohlenstoffmengen /z.B. in Stahl oder Roheisen/ brauchbar. Obwohl für letztere Analysen kaum ein Bedürfnis nach neuen Methoden vorliegt, so wäre es doch recht unangenehm, für dieselben besondere Apparate aufzustellen, welche nebst dem vielleicht auch nur recht selten in Benützung kämen.

Charakteristisch für die Methode ist der Umstand, dass in dem Rohr mit glühendem Kupferoxyd auch eine reichliche Menge metallisches Kupfer vorhanden ist, welches bei jeder Analyse oxydiert und nachher durch Wasserstoff regeneriert wird. Durch das Kupfer wird eine grosse Menge Sauerstoff gebunden, dessen Entwicklung zur völligen Austreibung der letzten Spuren C aus der Lösungsflüssigkeit erforderlich ist, welcher aber die Genauigkeit der nachfolgenden gasanalytischen CO_2 -Bestimmung wesentlich schädigen müsste, da man kleine Differenzen grosser Gasvolumina zu bestimmen hätte. Während bei meiner Methode jedesmal über 250 ccm Sauerstoff entwickelt werden, beträgt doch das zu messende Gasvolumen selten mehr als 50 - 75 ccm; die geringen CO_2 -Mengen werden also bedeutend konzentriert.

Zum Betriebe der Apparate ist eine Gasleitung, sowie eine Wasserleitung mit kaltem Druckwasser nötig. /ca. 7 Atm./ Bequem, aber nicht unbedingt erforderlich ist es, wenn man auch noch eine Windleitung mit Hochofenwind zur Verfügung hat. Zur Aufstellung der Apparate ist ein womöglich abgesonderter, aber jedenfalls mit Quecksilberdichten Boden und guter Ventilation versehener Raum zu benützen. Der Gasmessapparat kann wohl in demselben Zimmer, aber jedenfalls noch besser in einem angrenzenden gleichmässiger temperierten, aufgestellt werden.

Zum leichteren Verständnis beschreibe ich zunächst nur einen einzelnen Apparat und die Arbeitsweise mit demselben, dann die Gruppierung mehrerer Apparate und zuletzt den Gasmessapparat, welcher indessen durch irgend einen bekannten Apparat dieser Art ersetzt werden kann.

b/ Der einzelne Apparat /in der Zeichnung etwas schematisiert und ohne Stativ/.

Derselbe besteht im wesentlichen aus dem Lösungskolben mit Kühler A dem "Schnapper" B mit einigen Tropfen Quecksilber und Wasser, dem Kupferoxyd- Kupferrohr C, der Sprengel'schen Quecksilberluftpumpe D, dem t-förmigen Rohr E und den Auffanggefässe F.

42.022

2

DK 543 : 669.1 R.E.u. Stahl.

Bei m, n, ϕ , p und q sind Quetschhähne, o ist ein Schraubenquetschhahn, die übrigen gewöhnliche nach Mohr.

Der Rundkolben A fasst ca 200ccm und trägt auf dem ziemlich engen, ca 8 cm langen Halse noch eine Tulpe, welche ca 100ccm fasst. Der Kühler hat eine Länge von 500 mm und ist in den Kolbenhals exact eingeschliffen. Um ein bequemes Einfüllen der Lösungen in den Kolben zu erreichen, ist im Kolbenhals seitlich eine kleine Erweiterung angebracht, welche mit einer 2 mm Bohrung im Schliffstück des Kühlers correspondiert (siehe Figur 2). Dreht man den Kolben um seine vertikale Axe so, dass diese Erweiterung nach hinten steht, während die Bohrung des Kühlers nach vorn gekehrt ist, so ist der Kolben hermetisch geschlossen. Dreht man denselben um 180° nach vorn, so kann man die in der Tulpe vorhandene Flüssigkeit bequem einlaufen lassen, um so mehr als bei der noch zu beschreibenden Arbeitsweise im Kolben Minderdruck vorhanden ist.

Der Kolben steht auf einem Dreifuss mit Drahtnetz. Die obere Mündung des inneren Kühlerrohres ist oben zu einer Spitze von 2.5 - 3.5 mm äusseren Durchmesser und wenigstens 1 mm Öffnung verengt. Der "Schnapper" B ist eigentlich nur eine kleine Waschflasche mit etwas Quecksilber und etwas Wasser und dient dazu, um während des zweiten Teiles des Lösungsprocesses jedes Zurücktreten der einmal ausgetriebenen Gase in den Kolben und Kühler zu verhindern. Ich fertige denselben aus einer dickwandigen Röhre von 5 mm äusseren und nur 1.5 - 2 mm inneren Durchmesser an, wobei indessen die beiden Enden ohne wesentliche Verengung der Öffnung ebenfalls auf 2.5 - 3.5 mm ausgezogen werden. Die Höhe dieses ganzen Teiles beträgt ca 150 mm. Die Kugel braucht nur einen Durchmesser von 20 mm zu haben, ist aber absichtlich einseitig geblasen, so dass die tiefere Wölbung nach vorn steht; hängt dieser Teil des Apparates vertikal, so sind die beiden verengten Rohrenden um ca 20° nach rückwärts gebogen. An dem absteigendem Rohre ist eine nach rückwärts gerichtete Drahtöse angebracht und an das warmgemachte Rohr mit ein wenig Siegelack befestigt (Wenn dies nicht schön genug ist, kann Platindraht nehmen und in das Glas einschmelzen oder geradezu eine Öse aus Glas anbringen.) Man beschickt den kleinen Apparat mit nur so viel Quecksilber, als zur Füllung des linken Rohres reichlich genügt. Während eines grossen Teiles der Arbeit hängt dieser kleine Apparat an der Öse schief, mit der Kugel unter ca 45° nach hinten geneigt und dann liegt das Bischen Quecksilber seitlich in der Kugel ohne die Kommunikation der Gase zu hindern. Es sollen immer neben Quecksilber noch ein oder zwei Tropfen Wasser vorhanden sein, weil sonst das Queck-

silber seinen Dienst versagt, in dem es sich mit einer Haut überzieht und unbeweglich wird /Spuren von Cl aus den Lösungen/.

Das Kupferoxyd - Kupferrohr C hat 20 mm $\varnothing$, enthält eine 9 - 10 cm lange ~~Kupferoxydschicht~~ Schicht Kupferoxyd zwischen Asbeststopfen und ist beiderseits zu einer 9 - 10 cm langen nicht zu dünnwandigen Spitze ausgezogen, welche wieder eine Öffnung von 1 - 2 mm besitzt; die linke Spitze ist nach abwärts gebogen.

Ich fertige jetzt diese Rohre aus böhmischen Verbrennungsröhren, indem ich in die Windleitung eines Blasebrenners noch Sauerstoff aus der Elkan'schen Bombe beimische; dabei muss der Windhahn des Gebläses vollkommen offen sein und daran schliesst ein T - Stück aus Glas. // Die Regulierung der Windmenge geschieht durch einen Schraubenquetschhahn, die des Sauerstoffes direkt an der Bombe.

// In den einen Schenkel strömt Luft, in den anderen Sauerstoff.

Mit blossen Wind ist die Bearbeitung dieser Glassorte nur mühsam und unsicher, mit blossen Sauerstoff gelingt sie ebenso schwer, weil das Glas leicht viel zu weich wird. Gute Dienste hat mir auch das leichter schmelzbare /ohne Sauerstoff zu bearbeitende/ Verbundglas von Schott & Genossen geleistet, nur waren die mir zur Verfügung stehenden Rohre etwas zu eng.

In das auf einer Seite wie vorgeschrieben ausgezogene Rohr legt man einige Stückchen Bimstein und stopft darüber steifen, wenig zerfasernden Asbest. /Nimmt man feinfaserigen Asbest, so wird das Rohr schwer durchgängig/. Darüber schichtet man staubfreies, blättriges Kupferoxyd, welches einfach durch längeres Erhitzen eines reinen Kupferbleches im Muffelofen erhalten wird. Es mag sein, dass vielleicht andere Sorten Kupferoxyd den gleichen Dienst tun; mir kam es aber darauf an, eine möglichst grosse Oberfläche zu erhalten, und das Kupferoxyd /wenn zu Metall reduziert/ in durch und durch leicht zu oxydierender Form zu haben. Dies wurde in bester Weise erreicht, sodass ich kein Verlangen nach Versuchen mit anderen Arten Kupferoxyd empfand. Über das Kupferoxyd kommt abermals eine Schichte Asbest /diesmal ohne Bimstein/ und das Rohr wird neuerdings ausgezogen und gebogen. Es wird dann aussen mit einem Streifen Asbestpappe umhüllt /indessen so, dass oben noch ca 5 - 10 mm freibleiben/ und ein Draht-

42.022

4

DK 543 : 669.1 R.E.u.Stahl.

netz herumgelegt. Man schiebt dann noch auf jede Seite des Rohres ein quadratisches Stück durchgebohrte Asbestpappe von ca 80 mm Breite als Schirm gegen strahlende Wärme / zum Schutze der Schläuche/ und befestigt das Rohr, indem man es auf Eisendrähten aufhängt. Die Verbindung des Rohres mit dem vorangehenden Teile sowie mit der Pumpe erfolgt durch einen Kautschuckschlauch von nur 1.5 bis 2 mm Öffnung und wenigstens 1 mm Wandstärke. Solcher Schlauch schnappt selbst dann nicht zusammen, wenn er völlig evakuiert ist, und findet daher an dem nun beschreibenden Apparat durchwegs Anwendung, wo nicht das Gegenteil gesagt ist.

Zum Erhitzen des Rohres dient mir ein einfacher Brenner mit flachem Aufsatz von 95 mm Brennöffnung. Indessen habe ich karbonisierte Luft von bedeutendem Druck /ca 300 - 400 mm Wassersäule/ und konnte daher die Ausflussspitze des Brenners bedeutend erweitern. Wo Leuchtgas mit geringem Druck benützt wird, dürfte es nötig werden, wenigstens 2 Flachbrenner nebeneinander zu setzen.

Die Einrichtung der Sprengelpumpe D ist aus der Zeichnung genügend verständlich.

Der linke Schenkel der Sprengel-Pumpe endet bei n in ein T-Stück; die beiden Enden dieses T-Stückes sind wieder ausgezogen, und ist eines derselben mit dem Kupferrohr verbunden, das andere mit einem engen Schlauch. +/

+/Man kann übrigens diese Pumpe auch ohne dieses T - Stück anfertigen, und die hier entfallende Spitze mit dem Schlauch und Quetschhahn n an dem "Schnapper" anbringen; derselbe hat dann die nebenstehende Form, Diese Anordnung ist bequem, wenn ^{man} die später zu erwähnenden gewichtanalytischen Kontrollbestimmungen macht und hat nebst dem den Vorteil, dass das metallische Kupfer, welches in dem Kupferrohr durch Einleiten von Wasserstoff entsteht, links liegt. Dies aber ist insofern rationeller, als dann das entwickelte und hinübergetriebene Gas stets noch mit Kupferoxyd in Berührung bleibt. Indessen habe ich einen Unterschied in den Resultaten bei dieser oder anderen Anordnung nicht finden können.

Das Fallrohr allein hat 700 - 800 mm Höhe, besitzt einen äusseren Durchmesser von 6 - 6.5 mm bei 2 - 3 mm Öffnung. Über 3 mm darf man nicht weit hinausgehen, aber im Übrigen wirkt eine weite Pumpe viel rascher als eine enge. Zwischen der Pumpe D und dem Auffanggefässe E ist noch ein Z - förmiges Rohr E, dessen horizontaler /jedoch stets in der gezeichneten, etwas schiefen Lage befindlicher/ Teil ca. 70 mm misst. Das Auffanggefäss F besteht aus einem dickwandigen Zylinder von 160 mm Höhe und 60 mm Durchmesser mit seitlichem Abflussrohr, welches in einer Höhe von ca. 50 mm vom Boden steht, so dass das Gefäss bis zum Ausfluss ca 125 ccm Quecksilber fasst. In diesem Zylinder steht die Glocke, welche 45 mm Durchmesser und /samt beiderseitiger Verengung/ 90 mm Höhe hat. Oben trägt die Glocke ein dickwandiges Rohr von 25 mm Länge /3 mm Öffnung/ welches lose durch den Korkstopfen geht.

Das Abflussrohr des Zylinders mündet in eine Rohrleitung, welche beim Pumpen mit der Sprengel-Pumpe zufließendes Quecksilber in ein Sammelgefäss führt.

II. A u s f ü h r u n g d e r A n a l y s e .

Hat man ganz neue Apparate, so werden dieselben natürlich zunächst sorgfältig gereinigt. Dann glüht man das Kupferoxydrohr aus, um etwaige Spuren organischer Substanzen zu zerstören, wobei man einen Luftstrom durchtreibt. Dann erst führt man aus einem Gasometer ca 500 ccm /annähernd gemessenen/ Wasserstoff durch das Kupferoxydrohr hindurch und lässt auskühlen. Man stellt noch die fehlenden Schlauchverbindungen her und wiegt in dem entweder völlig oder doch im H a l - s e ganz t r o c k e n e n Kolben A, bei kohlenstoffreichem Material 0.5 g, bei Flusseisen 2 g Eisen genau ein. Waren die Apparate schon benützt worden, dann hat man zweckmässig schon am Schlusse der vorangehenden Analyse bei schiefstehendem Schnapper B Wasserstoff durchgeleitet. Dabei sammelt sich in dem Apparat stellenweise etwas Wasser an, weshalb man schon vor dem Wägen und während desselben einen staubfreien Luftstrom durch den Apparat führt. Man leitet diesen durch die Spitze M m der Sprengelpumpe /oder des Schnappers/ ein, gerade so wie den Wasserstoff; es wird also der Schlauch, welcher in der Zeichnung bis zur Wasserstrahlpumpe führend bezeichnet ist, nach Bedrf an den Wasserstoffapparat oder an die Windleitung angeschlossen.

Ist die Probe eingewogen, so stellt man den Wind ab, feuchtet den Hals des Kolbens mit etwas Wasser an und setzt den Kühler gut

2.022
6
543 : 669.1 R.E.u.Stahl

ein, so dass die Bohrung des Kühlers abgesperrt ist. In die Tulpe bringt man 40 ccm der Flüssigkeit I; ~~es~~ ist dies eine Mischung von H_2O , H_2SO_4 und CrO_3 , deren Bereitung weiterhin angegeben ist. Um das Hineinfallen von Russ und Stauch in die Tulpe zu vermeiden, bedeckt man sie gleich mit passenden Glasstreifen, welche für den Kühler entsprechende Umbuchungen besitzen. Man evacuirt mit der Wasserstrahlpumpe, jedoch nicht ganz bis zum erreichbaren Vacuum (Es soll ein Hg.-manometer, welches mit etwas Wasser in dem geschlossenen Schenkel beschickt ist, noch ca 5-10 mm Druck ~~///~~ zeigen). Dabei sind alle Quetschhähne offen, mit Ausnahme desjenigen, welcher die Quecksilberleitung abschliesst. Während des Pumpens wird das in F befindliche Quecksilber in die Glocke und weiter durch E bis in den Untertheil der Sprengerpumpe gezogen, um zuletzt nahe in Barometerhöhe stehen zu bleiben.

Man schliesst den Quetschhahn m, welcher jetzt zur Wasserstrahlpumpe führte, und erhitzt das Kupferoxyd- Kupferrohr C. Dann setzt man den Kühlwasserzufluss in Gang, und wenn das Rohr C erwärmt ist (wozu 2-3 Minuten genügen) lässt man die Säure bis auf einen Rest von ca 1 ccm in den Kolben einlaufen. Wie schon oben bemerkt, geschieht dies durch vorsichtiges Drehen des Kolbens um seine verticale Axe. Hierauf entzündet man die Flamme unter dem Kolben, hält diese aber immer sehr klein.

Bei feineren Spähnen und 2 gm Einwage muss man zeitweilig sogar die Flamme ganz wegnehmen, um ein Überschäumen zu verhindern.

Das Auflösen der Probe ist gewöhnlich in $1/4$ - $3/4$ h beendet;

bei sehr derben Spänen so wie auch bei Si-haltigem Roheisen dauert es länger, deshalb man letzteres sehr fein gepulvert verwendet. Während des Lösungsprocesses sinkt das Quecksilber aus der Sprengelpumpe bis in den Eingang zur Glocke, aber nicht weiter. Füllt sich die Glocke bis etwa zur Hälfte und weiter, so war entweder nicht genügend evacuirt, oder es ist der Apparat undicht, oder endlich das Rohr C nicht warm genug.

Ist die Probe nahezu gelöst, so bringt man etwa durch das Sieden der Flüssigkeit auf die Kolbenwand genau aufgespielte Eisentheilchen durch Schwenken des Kolbens wieder hinunter. Die beendigte völlige Auflösung der Probe erkennt man in ganz sicherer Weise ~~///~~ daran, dass die Flüssigkeit im Kolben nur noch grosse Blasen entwickelt und (wenn die Flamme unter dem Kolben entsprechend klein ist) zeitweise Siedeverzug zeigt. Ist man noch im Zweifel, so zöge man die Flamme bei Seite ~~weg~~; die Flüssigkeit darf dann keine Bläschen entwickeln. Ist die Probe gelöst, so zieht man die Flamme ~~ganz/bei/Seite/~~ unter dem Kolben ganz weg, lässt den Rest Flüssigkeit I nachfließen unbekümmert um die auskrystallisierte Chromsäure, (aber unter Vermeidung von Lufteintritt) und bringt

75 - 90 cm Flüssigkeit II in die Tulpe /Näheres über die Menge und Zusammensetzung später/. Diese bringt man ebenfalls bis auf einen kleinen Rest in den Kolben, wobei Vakuum entsteht und aus E das Quecksilber wieder in die Sprengel-Pumpe steigt. Man lasse diese Säure ziemlich rasch einlaufen, weil bei einseitigem jetzt langsamen Einfließen der Kolbenhals stellenweise heiss wird und dann leicht springt /Schnapper/. ~~Man hängt~~ nun den bisher schief liegenden B vertikal, sodass das darin befindliche Quecksilber sich entwickelndes Gas nur noch aus dem Kolben in das Kupferrohr, aber nicht zurücktreten lässt, und erwärmt neuerdings. Jetzt kann man die Flamme auf kurze Zeit vergrössern um Zeit zu sparen; wie aber das Quecksilber in der Sprengel-Pumpe bis zum z - förmigen Teil E gesunken ist muss die Flamme wieder klein gemacht werden. Es scheidet sich nämlich in dem Kolben nach Zusatz der zweiten Säure eine sehr grosse Menge Chromsäure aus, und es erfolgt eine sehr energische Sauerstoffentwicklung, deren Beherrschung nur durch sorgfältiges Regulieren der Flamme unter dem Kolben möglich ist. Bevor man dies gelernt hat, mache man die Flamme lieber zu klein als zu gross. Im ersteren Falle dauert die Arbeit wohl länger, aber kann nicht misslingen; im zweiten überschäumt die Säuremischung, und die Probe, vielleicht auch das mühsam herzustellende Kupferrohr geht verloren.

Man hat nun auf den Quecksilberstand in der Glocke zu achten; obwohl nämlich Sauerstoff in ziemlich raschem Strome aus dem Kolben entweicht, bleibt doch das Quecksilber in der Glocke nahezu unbeweglich; nachdem es einmal bis in die Glocke gesunken ist; und dabei bleibt immer noch im Apparat ein gewisser Minderdruck übrig, wie aus der Niveaudifferenz zwischen Glocke und Aussenzylinder ersichtlich ist. Der ganze Sauerstoff wird nämlich durch das metallische Kupfer gebunden. Ist aber das Kupfer nahezu völlig oxydiert, was gewöhnlich schon nach $1/4 - 1/2$ h der Fall ist, so beginnt das Quecksilberniveau in der Glocke ziemlich rasch zu sinken, und wird der Prozess nicht unterbrochen, so schwimmt dann die Glocke und wäre sehr bald vollkommen gefüllt, ja es würde sogar das zu sammelnde Gas durch die untere Öffnung der Glocke austreten. Ist also die Glocke über die Hälfte /höchstens zu $3/4$ / gefüllt, so zieht man die Flamme unter dem Kolben weg, klemmt den Quetschhahn m ab und öffnet den Kolben durch Drehung. Dabei entweicht Sauerstoff und kann Säuretropfen aus der Tulpe herauswerfen, weshalb man auch jetzt die Tulpe mit Glasplatten bedeckt hält.

Um unnötige Druckentwicklung im Kolben zu vermeiden, soll man diese eben beschriebene Operation nicht zu langsam durchführen.

Nun bringt man den "Schnapper" B wieder in die schiefe Lage, erhitzt noch einige Minuten / zur völligen Oxydation des Kupfers, wobei sich besonders bei alten Kupferrohren noch das Volumen in der Glocke merklich verkleinert / und setzt dann die Quecksilberpumpe durch vorsichtiges Öffnen des Hahnes O in Gang. Bald schlagen die fallenden Quecksilbertropfen in der Pumpe laut auf die Quecksilbersäule, während diese Säule selbst nur noch hie und da kleine Bläschen enthält. Dann ist das Rohr genügend ausgepumpt; man stellt den Quecksilberzufluss ab, zieht das z-förmige Rohr E dort wo es an den Stiel der Sammelglocke anschliesst innerhalb des Schlauches etwas empor, so dass zwischen Stiel und z-Teil innerhalb des Verbrennungsschlauches eine Lücke von ca. 5 mm entsteht, und schliesst den Quetschhahn p ab. Durch Lüften des Quetschhahnes m / zwischen Kühler und Schnapper / lässt man in das noch immer erhitzte Kupferrohr Luft ein, und bringt dann durch v o r s i c h t i g e s Lüften des Hahnes p / zwischen Glocke und z-Teil / das Quecksilber soweit zum Sinken, dass der Stiel der Glocke noch mit Hg gefüllt bleibt. Früher pflegten wir das Pumpen nach abermaligen Schliessen des Quetschhahnes m und Öffnen von p zu wiederholen; es ist dies aber überflüssig, weil aus dem feuchten Schnapper Wasserdampf herüberdestilliert und dadurch zur völligen Austreibung des Gasrestes beiträgt.

Die in der Glocke gesammelte Gasprobe kann nun entweder gleich zum Gasmessapparat übertragen werden, oder auch ruhig solange stehen bleiben, bis etwa die übrigen gleichzeitig gemachten Proben ebenfalls fertig geworden sind.

Durch das erhitzte Kupferrohr führt man am besten gleich nach der Analyse ca. 1/2 Liter Wasserstoff durch und lässt erkalten. Nach dem Waschen und Trocknen des Kolbens, Auskühlen des Kupferrohres C und Durchblasen von Luft durch den übrigen Apparat / und auch durch Pumpe und Glocke / ist er wieder zur Analyse bereit.

Das Kupferrohr kann zu 50 bis 100 Bestimmungen dienen; es wäre unverwüstlich, wenn die Kupferblättchen nicht allmählich zusammenschweissen würden, wodurch sie sich der völligen Oxydation am Schlusse jeder Analyse widersetzen. Diese Oxydation ist aber nötig, weil metallisches Kupfer neben H_2 auch eine Spur CO / oder CO_2 ? / absorbiert.

Wie aus der Beschreibung hervorgeht, erfordert die Handhabung des Apparates wirklich nicht viel Arbeit und Aufmerksamkeit. Hat man sich einmal die richtige Regulierung der Flamme unter dem Kolben angeeignet, so hat man nur am Anfange des Lösen darauf zu achten, dass die Probe nicht etwa doch / überschäumt, weil die Lösung

zu energisch vorsich geht. Am Schlusse des Prozesses ist aber darauf zu achten, dass nicht zuviel Sauerstoff in die Sammelglocke kommt; man hat also rechtzeitig zu unterbrechen, und den Kolben etwas flink zu lüften. Alle übrigen Arbeiten können in Ruhe gemacht, und nötigenfalls beliebig aufgeschoben werden: gerade dadurch wird es aber möglich, mehrere Apparate gleichzeitig zu bedienen; man kann sich eben die Arbeiten so einteilen, dass sie nicht kollidieren.

III. A u f s t e l l u n g d e r A p p a r a t e .

Wir benützen sechs Apparate gleichzeitig. Sie stehen in der Mitte des Zimmers auf einem Tisch von 3.7 m Länge, 83 cm Höhe und 90 cm Breite, nehmen jedoch nur die halbe Breite des Tisches in Anspruch. Als Stativ für den einzelnen Apparat dient eine runde Eisenstange von 12 mm Durchmesser und 110 cm Höhe. Der Kühler wird durch eine gewöhnliche Klemme mit Schrauben gehalten, welche man aber nicht direkt nach vorne stellt, sondern schief nach links. Man kann dann den Brenner für das Kupferrohr einfach auf eine Gabel stecken, welche wieder schief nach rechts steht. Ganz oben an der Stange sitzt dann ein Ring mit Muffe; an diesen Ring kann man die Eisendrähte für das Kupferrohr und den "Schnapper" befestigen. Noch besser legt man aber über alle diese Ringe einen oder zwei Walzdrähte, welche man mit Draht befestigt, und nun auch zum Aufhängen der Sprengel-Pumpe benützt.

Die Stangen stehen von einander 55 cm entfernt. In der Mitte des Tisches liegen hinter den Stangen die Gasleitung, Wasserleitung und Abfalleitung für das Kühlwasser. An der einen Stirn des Tisches befindet sich die Wasserstrahlpumpe, über welche weiter noch einiges bemerkt ist, am anderen Ende ein Wasserstoffapparat, dieser jedoch auf der, sonst leeren Tischhälfte.

In ca. 65 cm Höhe über der Tischplatte ist aus Glasröhren von ca. 3 - 4 mm inneren Durchmesser mit T-Stücken und Kautschuckschläuchen eine Leitung hergestellt und entsprechend weiter einfach an den Stativen befestigt. Diese Leitung dient einmal als Vakuumleitung, dann als Wasserstoffleitung und schliesslich als Windleitung. Es sind nämlich die an der vorstehenden Spitze verengten T-Stücke durch den / schon erwähnten / engen Schlauch mit der abwärts gekehrten Spitze der Sprengel-Pumpe verbunden. Soll ausgepumpt werden, so ~~schliesst~~ schliesst man das eine Ende dieser Leitung durch einen Quetschhahn und verbindet das andere Ende mit der Wasserstrahlpumpe; um sicher zu gehen, ist noch eine Waschflasche zwischengeschaltet, und daran ein sehr kurzes Hebermanometer / oder richtiger Barometer /. Nachdem Auspumpen und Apsperren der Quetschhähne n / an den Spitzen der Sprengel-Pumpen / lässt man in diese Leitung wieder Luft eintreten, um sicher zu sein,

dass nicht etwa während der weiteren Arbeit CO_2 - Gas in diese Leitung abgesogen wird.

Wenn Wasserstoff eingeleitet werden, so verschliesst man das Ende an der Wasserstrahlpumpe und verbindet das andere Ende mit dem Wasserstoffapparat. Will man die Apparate trocknen, so knüpft man an einem oder dem anderen Ende die Windzuleitung an. Bei diesem Trocknen soll im "Schnapper" noch etwas Wasser zurückbleiben; nur das Kupferrohr, eventuell auch die Sprengel-Pumpe und Apparate zu sehr ausgepumpt haben, so dient diese Leitung auch dazu um kleine Mengen Luft in die Apparate zu führen. Bei zu hohem Vakuum sinkt nämlich der Quecksilberfaden aus dem Fallrohr der Sprengel-Pumpe nicht bis in die Glocke; die Temperatur bleibt wegen der Siedepunktserniedrigung im Vakuum zu tief und der ganze Prozess zieht sich in die Länge. Man braucht dann nur bei schief liegendem "Schnapper" die fragliche Leitung an beiden Enden abzuschliessen und den betreffenden Quetschhahn für einen Moment zu öffnen. Nachher lässt man natürlich in diese Leitung wieder Luft ein; würde man dies vergessen und etwa bei einem anderen Apparat dieselbe Prozedur wiederholen, so könnte ja die Leitung aus dem Apparat Gas abzusaugen und die Probe wäre verloren.

In ähnlicher Weise ist noch die Quecksilberleitung angebracht, welche die Sprengel-Pumpen speist. Das Quecksilberreservoir mit $1/2 - 3/4$ Liter Quecksilber wird nur dann hochgestellt, wenn gepumpt wird, sonst steht es tiefer, um die Schläuche nicht unnütz zu beanspruchen, und bei einem etwa einmal erfolgten Zerreißen eines Schlauches kein Quecksilber ausfliessen zu lassen.

Für die Quecksilberleitung benütze man dort, wo die Schraubenquetschhähne sitzen guten Nitrometerschlauch. Für das längere Stück vom Reservoir zur Leitung nehme man aber Miron's Patentschlauch /von Wallach in Kassel/. Dieser Schlauch wurde mir von Prof. Hempel empfohlen und erlöste uns von einer wahren Calamität: Die bis dahin von uns verwendeten Nitrometerschläuche verunreinigten nämlich durch ihren Schwefelgehalt das Quecksilber derart, dass wir nahezu alle drei Wochen sämtliches Quecksilber chemisch reinigen mussten, um gutes Abfließen in den Sprengel-Pumpen zu erreichen. Jetzt haben wir dies kaum einmal in 1 - 2 Jahren nötig. Die in Fig. 1 gezeichneten Sprengel-Pumpen haben in Wirklichkeit eine etwas andere Form, die nun leichter verständlich sein dürfte: es ist nämlich die Spitze, welche zum Kupferrohr führt um 90° nach hinten versetzt; die Pumpe wird aber auch in einer anderen Lage benützt, als gezeichnet,

es steht nämlich der, zur Quecksilber-Leitung führende Teil mit dem Schraubenquetschhahn O um 90° nach hinten.

Ähnlich ist es mit der Abfallleitung für Quecksilber; diese ist ebenfalls aus Glasrohren, T- Stücken und ^{mit} Mirvus Schläuchen zusammengefügt und liegt einfach auf dem Tisch, die Enden der T-Stücke nach oben gekehrt. Der Tubus des Cylinders E ist also ebenfalls nach hinten gerichtet zu denken. Das eine Ende der Leitung ist geschlossen, das andere führt über die Tischkante hinab zu einem dickwandigen Glasgefäß mit Watteverschluss.

Der Tisch selbst ist mit einer niedrigen Leiste umschlossen steht auf einer Längs-Seite etwas tiefer und hat (für etwa verspritztes Quecksilber) an einer Stelle ein Loch mit Eisenrohr und darunter-gesetzten Sammelgefäß.

Man achte darauf, die Quetschhähne der Sprengelpumpen in bequem erreichbaren Höhe anzubringen; der übrige Teil der Pumpen liegt viel höher, aber dies geniert nicht, denn man hat nur bei der Ausstellung der Apparate an ihm zu schaffen. + /

+ / Noch etwas bequemer als die beschriebene Einrichtung dürfte folgende sein: Man benütze nicht einen frei stehenden Tisch, sondern einen Wandtisch. Diesen mache ca 4,5 m lang und nur 45 - 50 cm breit, und setze ihn (wenn man nicht selbst recht gross ist) nur in 75 - 78 cm von Boden. Man kann dann die Gasleitung und die beiden Wasserleitungen direkt an der Wand befestigen, jede in der bequemten Lage. Die beiden Hilfsleitungen für Wasserstoff etc. und für Quecksilber kann man ebenfalls an die Wand setzen oder aber (wie oben beschrieben) an die Stative, Das freie Ende des (jetzt längeren) Tisches benütze man für den Wasserstoffapparat. Über den Apparaten lege man in entsprechender Höhe einen Hitzfang an und versehe ihn mit Abzug; bei unserer Einrichtung wird die Temperatur des Zimmers durch die Flammen unter den Kupferrohren recht unangenehm gesteigert.

Der Messapparat

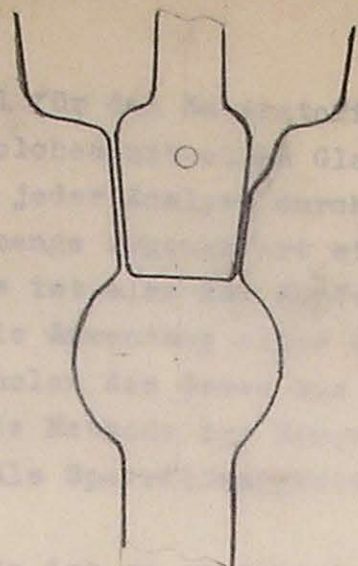
Zur Bestimmung der Kohlensäure, welche in der Glocke des vorstehend geschriebenen Apparates ausgefangen worden ist, wird man sich natürlich irdend eines von den gebräuchlichen gasanalytischen Apparaten bedienen können. Erforderlich ist es, dass man die Messung auf 0,1 ccm genau ausführen könne; wegen der Einrichtung der Glocke ist es auch nöthig, dass in der Messbürette für eine Expansion des aufzufangenden Gases um etwa die Hälfte des Volumens bei gewöhnlichem Drucke Platz sei, damit man das Gas aus der Glocke in die Messbürette von 100 ccm Inhalt nicht viel mehr als 70 ccm aus der Glocke absaugen und messen können, wenn unterhalb der 100 ccm Marke nicht noch ein etwas grösserer Raum vorhanden ist. Immerhin kommt man damit in der Regel durch. Es ist also in dieser Hinsicht die Anschaffung eines besonderen Messapparates für die vorstehend beschriebene C-Bestimmungsmethode keineswegs nöthig.

Sollen indessen tagtäglich (so zu sagen fabrikmässig) zahlreiche C-Bestimmungen gemacht werden, so dürfte sich die Anschaffung des von uns benützten und von mir selbst nach einem Principe von Prof. Hempel eben für diesen Zweck construirten Apparates wegen einer bequemen Handhabung und den grossen Genauigkeit immerhin lohnen. Derselbe beruht auf der Messung des Gases bei constantem Volumen, aber wechselndem Drucke; er hat die Annehmlichkeit, dass er die Beachtung des Barometerstandes und des Feuchtigkeitsgehaltes der analysierten Luft erspart. Die Temperaturkorrection ist zwar nicht vermieden, aber sehr einfach auszuführen, wenn die Temperatur wenigstens während der Analyse nicht um mehr als $0,1^{\circ}$ C schwankt.

Laprimus & Tachon²
1960

2-2

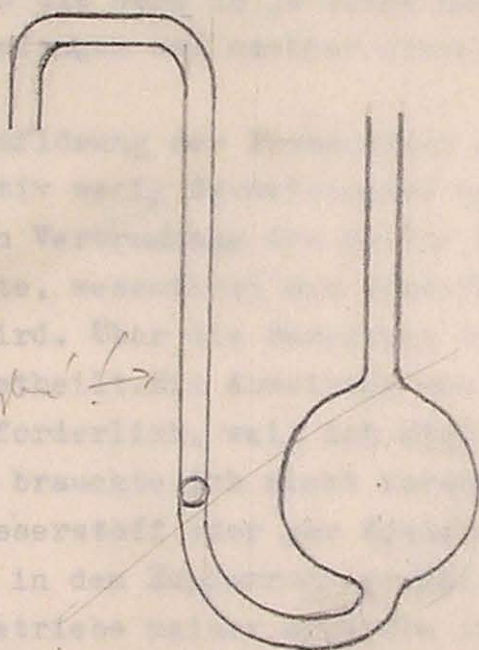
Als Absorptionsmittel dient mir ein...
tallisches Kupfer, welches...
handen ist, und nach jeder...
gesessenen Wasserstoffmenge...
Teil meines Apparates ist...
seinerseits wieder die...
Luftpumpe zum Herausziehen...
gen schließt sich die...
hervorgegangen ist. Als...
Quecksilber.



Annähernde Skizzen.

"Abbildung 2."

Die Methode ist...
Apparat ein Minimum...
mehrere Apparate gleichzeitig...
für jeden Apparat eine...
in müssen, werden die...
Quecksilber auf...
führt.



Lösungen nach Angabe
v. Mitarbeiter v. Prof. Wald
H.J. Jakubše (1913).

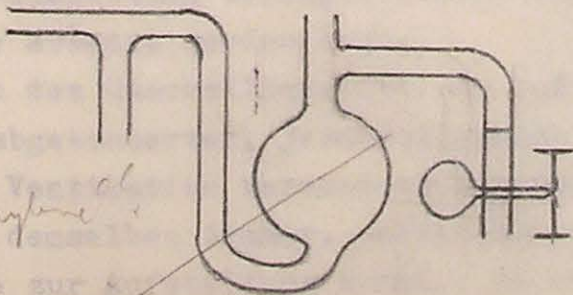
Lösung I. :

- 1600 g Chromsäure
- 3 l Wasser
- 1 l H_2SO_4

Die Lösung wird ausge-
kocht, und Luft durchgel.

Lösung II. :

- 20 g Chromsäure
- 500 cc Wasser
- 3 l H_2SO_4



Handwritten notes in German, including "Chromsäure", "Wasser", and "H2SO4".

Handwritten notes in German, including "Chromsäure", "Wasser", and "H2SO4".

Originalmanuskript ist in Verwahrung von H. Dr. Ing. Eduard Schmidt.
Beschreibung der Methode stammt vom Jahre 1941 und wurde auf Ver-
lassung von Dr. F. Wald jun. von Herrn J. Jakubše bewerkstelligt.

Als Absorptionsmittel für den Sauerstoff dient mir erhitztes, metallisches Kupfer, welches mit einem Glasrohr neben Kupferoxyd vorhanden ist, und nach jeder Analyse durch Einleiten einer roh gemessenen Wasserstoffmenge regeneriert wird. Der charakteristische Teil meines Apparates ist also das Kupferoxyd-Kupferrohr, welcher seinerseits wieder die Anwendung einer Sprengelschen Quecksilberluftpumpe zum Herausholen des Gases aus dem Rohre bedingt. Im übrigen schließt sich die Methode der Hempelschen an, aus welcher sie hervorgegangen ist. Als Sperrflüssigkeit dient natürlich durchwegs Quecksilber.

Die Methode ist so gestaltet worden, dass der einzelne Apparat ein Minimum von Bedienung erfordert, und dass man also mehrere Apparate gleichzeitig in Gang setzen kann; um aber nicht für jeden Apparat eine besondere ~~Stücke~~ Gasmesseinrichtung haben zu müssen, werden die Gase in je einer besonderen Glocke über Quecksilber aufgefangen und nachher einzeln in den Messapparat überführt.

Zur Auflösung der Probe dient eine besondere, viel Chromsäure neben relativ wenig Schwefelsäure haltende Lösung, während zur vollständigen Verbrennung des in der Lösung vorhandenen Kohlenstoffs eine zweite, wesentlich aus Schwefelsäure bestehende Flüssigkeit zugesetzt wird. Über die Bereitung dieser Lösungen wird weiterhin Näheres mitgeteilt. Ein Abweichen von vorhandenen Vorschriften wurde dadurch erforderlich, weil ich möglichst grosse Einwagen anstrebte; dagegen brauchte ich nicht daraufzuachten, dass die Entwicklung von Wasserstoff oder gar Kohlenwasserstoffen unterdrückt werde, da ja diese in dem Kupferrohr prompt oxydiert werden.

Zum Betriebe meiner Apparate ist neben einer Gasleitung auch noch eine Wasserleitung mit kaltem Druckwasser (zum Kühlen und für eine Wasserstrahlpumpe nothwendig; bequem ist es, wenn man auch noch über eine Windleitung verfügt, obwohl diese auch durch die Wasserstrahlpumpe ersetzt werden kann.

Wegen des Quecksilbers ist zur Aufstellung der Apparate wo möglich ein abgesonderter, jedenfalls aber mit quecksilberdichtem Boden und guter Ventilation versehener Raum zu benützen. Der Gasmessapparat kann in demselben Zimmer, besser aber in einem kleinen, angrenzenden Raume zur Aufstellung kommen, da er dort jedenfalls kleineren Temperaturvariationen ausgesetzt sein wird, was für Gasmessungen wichtig ist.

Bei Ausarbeitung meiner Methode strebte ich eine Genauigkeit von etwa einem Tausendstel Procent bei grössten Einwäge an. Indessen zeigte sich, dass die Reagentien selbst schon bei sorgfältigen Reinigung noch so viel Kohlensäure geben, als etwa einem Hundertstel Procent entspricht. Zur Erreichung einer höheren Genauigkeit ist es also nöthig, jedesmal auch eine Blindprobe mit den Reagentien zu machen, und die gefundene Menge bei der Analyse abzuziehen. Da technisch erzeugtes Eisen auch nicht völlig gleichmässige Zusammensetzung besitzt, so kann man sich wohl gewöhnlich mit einer auf ein Hundertel genauen Kohlenstoffbestimmung begnügen.

Wegen des Quecksilbers ist zur Aufstellung der Apparate womöglich ~~ein~~ abgesonderter, jedenfalls aber mit quecksilberdichten Boden und guter Ventilation versehener Raum zu benützen. Der Gasmessapparat kann in denselben ~~Timmer~~, besser aber in einem angrenzenden kleinen Raum zur Aufstellung kommen, da dort jedenfalls leicht eine gleichmässige Temperatur erhalten werden kann, welche ja bei Gasmessungen nötig ist.

Wie schon bemerkt, wurde die Methode von mir besonders für die Bestimmung sehr geringer Kohlenstoffmengen erdacht, und daher habe ich mir auch einen besonderen Gasmessapparat hergestellt, welcher bei grosser Bequemlichkeit der Handhabung grössere Genauigkeit liefert, als die meisten ähnlichen Apparate. Indessen ist die Zusammenstellung etwas schwierig; auch hat sich gezeigt, dass die erreichbare Genauigkeit nicht sosehr von der Genauigkeit der Gasmessungen bedingt ist, wie ich anfangs angenommen habe, als vielmehr dadurch, dass es nicht gelingt, die Reagenzien vollkommen frei von Kohlenstoff zu erhalten. Ich werde daher wohl auch die Beschreibung meines Gasmessapparates beifügen, kann aber die Anschaffung desselben nur Jenen empfehlen, welche weder die Mühe der etwas schwierigen Zusammenstellung desselben nicht scheuen, noch auch der Ausführung von zahlreichen Blindproben mit den Reagenzien aus dem Wege gehen wollen; wer sich mit einer Genauigkeit von etwa $1/100$ % Kohlenstoff begnügen kann, wird mit irgend einem vorhandenen Gasmessapparat durchkommen, welcher Gasvolumina auf etwa 0.1 - 0.2 ccm sicher zu messen gestattet und wird auch nur zeitweise Blindproben zur Kontrolle (auszuführen haben) .

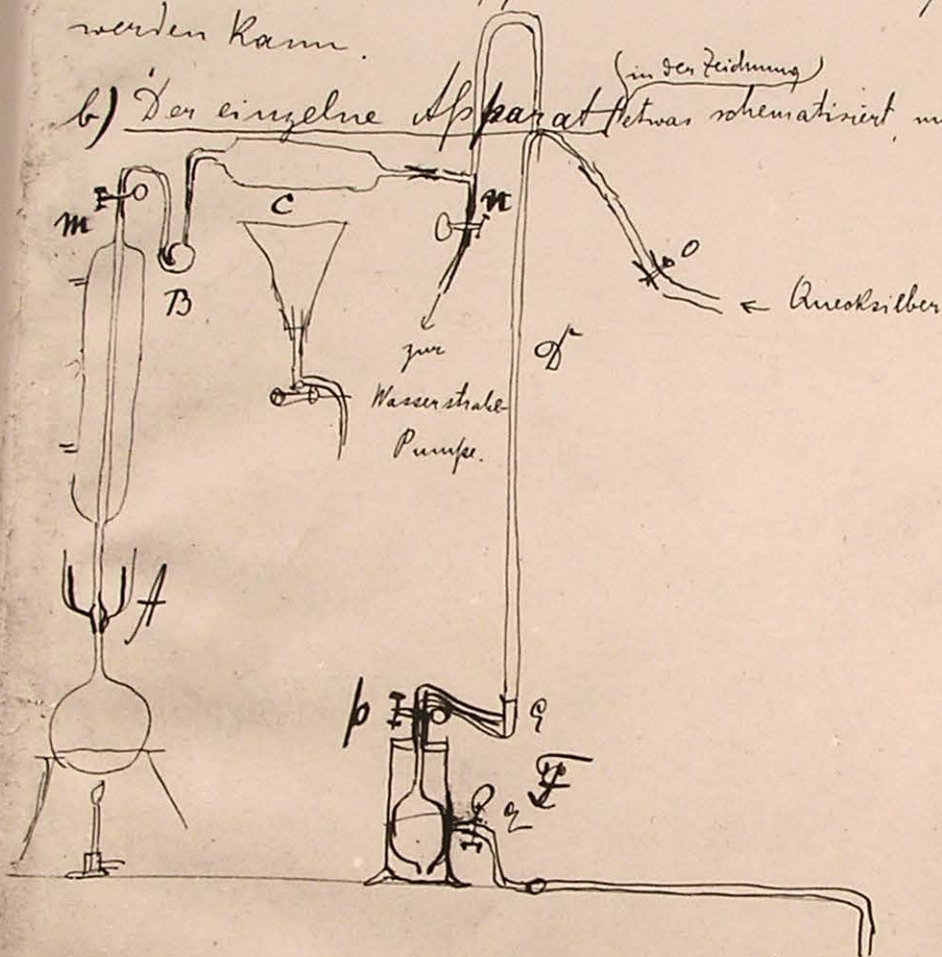
Snímek rukopisu popsání stanovení uhlíku asi z r. 1894.

Jediný zachovaný popis anal. method.

und des Eder (in der Zeichnung) 16.3.74

einen bekannten Apparat dieser Art ersetzt werden kann.

b) Der einzelne Apparat (in der Zeichnung schematisiert, und ohne Platin).



Der Apparat besteht im Wesentlichen aus dem Lösungskolben
dem „Schwappel“ mit einigen Tropfen Quecksilber und Wasser
mit Kühler A, einer sehr kleinen Waschflasche mit einigen

Tropfen Quecksilber, dem Kupferoxyd-Kupferrohr C

Der Sprengel'schen Quecksilberluftpumpe D) und dem

Auffanggefäß F. Bei m, n, o sind kleine Ausströmöffnungen, o ist ein Schraubenzugrohr, die
übrigen gewöhnliche nach Stehr.

Der Kolben A fasst ca 200 ccm und trägt auf dem Boden, ziemlich

ca 8 cm langen Hals noch eine Tülle, welche ca 100 bis 150 ccm fasst.

Der Kühler hat eine Länge von 500 mm und ist in