

## Sechszehntes Kapitel.

## Gusseisen, Stahl, Stabeisen.

1 CC. Zehent-Silberlösung = 0,0006 Grm. Kohlenstoff.

Die wichtigste Bestimmung darin betrifft den Kohlenstoffgehalt. Derselbe kann im Gusseisen in zweierlei Form enthalten sein: als ausgeschiedener Graphit oder chemisch mit dem Eisen verbunden. Bei der Auflösung von Kohleneisen in verdünnter Mineralsäure entwickelt sich ein stinkendes Wasserstoffgas, welches eine gewisse Menge Kohle als Kohlenwasserstoff gebunden enthält; ein anderer Theil bleibt als eine braune, humusartige, im Aetzkali lösliche Substanz zurück. Alle Versuche, den Kohlenstoffgehalt als reine Kohle auszuschneiden und in diesem Zustande zu wägen, gaben unrichtige Resultate, weil dieser Kohlenstoff ungemein hygroskopisch ist, weil er häufig Reste des Lösungsmittels enthält, und weil er nothwendig das im Eisen enthaltene Silicium oder die daraus entstandene Kieselerde enthalten muss. Es bleibt deshalb nichts anderes übrig, als den Kohlenstoffgehalt zu Kohlensäure zu verbrennen, und die Kohlensäure in irgend einer Art zu bestimmen.

Könnte man die drei genannten Eisenarten in ein feines, unfühbares Pulver verwandeln, so stände nichts entgegen, dieselben in einer Glasröhre mit Asbest gemischt in einem Strome von Sauerstoff zu verbrennen. Da aber das gebildete Eisenoxydoxydul nicht flüchtig ist und den innern Theil des Eisenkörnchens gegen den Zutritt von Luft schützt, so gelingt es nicht, den ganzen Kohlenstoffgehalt auf diesem Wege zu erlangen. Die ausgeglühten Massen entwickeln dann, wenn sie nachher in warmer Salzsäure gelöst werden, meistens ein nach Kohlenwasserstoff riechendes Gas. Es ist deshalb nothwendig, die zu untersuchenden Stoffe erstens einer möglichst feinen Vertheilung zu unterwerfen, und dann das Eisen grösstentheils oder ganz durch ein Lösungsmittel zu entfernen, welches auf die Kohle selbst keinen Einfluss ausübt.

Die feine Vertheilung der Eisenproben bietet grosse Schwierigkeiten.

Vom Gusseisen werden auf dem Ambos mit dem Hammer kleine Stückchen losgetrennt, und diese im Stahlmörser mit Schlussring mit einem schweren Hammer zerquetscht, dann nach öfterem Aufrütteln der Masse durch wiederholte Schläge in ein möglichst feines Pulver verwandelt. Von diesem Pulver sondert man das feinste mit einem Siebe aus Messingdraht ab. Das Sieb ist bei einem Durchmesser von 60 bis 80 Millimeter gross genug und hat einen metallenen Ring, weil man organische Stoffe absichtlich fern hält. Bei der Bestimmung der Kohlensäure durch Silber genügt 1 Grm. des Eisenpulvers. In jedem Falle

muss man sich in einer Operation die hinreichende Menge von Eisenpulver verschaffen, alle Untersuchungen, die man im Sinne hat, damit vornehmen zu können.

Stahl und Schmiedeeisen können in einem Mörser nicht verkleinert werden. Man muss zur Feile schreiten. Wenn der Stahl hart ist, so muss er in einem Tiegel in Sand oder Magnesia eingepackt, ausgeglüht und langsam erkalten gelassen werden. Man steckt das Stück durch steifes Glanzpapier mit aufgebogenem Rande hindurch und befestigt es im Schraubstocke, so dass die Papierkapsel über dem Schraubstocke liegt. Man feilt nun von der oberen Spitze das Pulver ab, wobei man das erste Pulver entfernt, weil die äussere Schicht durch das Glühen eine Veränderung erlitten haben kann, und auch von einer neuen Feile sich Spitzen der Zähne loslösen können. Die Herstellung des Objectes macht hierbei mehr Mühe als die Analyse selbst, und doch kann man sie einem gewöhnlichen Arbeiter kaum übertragen, wenn man der vollkommenen Reinheit des Pulvers sicher sein will.

Die Aufschliessung des gekohlten Eisens geschieht am leichtesten und vollständigsten durch Jod. Nach Kobell soll sich auch das Kohleneisen durch reinen Pyrolusit oder künstlich bereitetes Manganhyperoxyd mit starker Salzsäure unter Zurücklassung des ganzen Kohlenstoffgehaltes aufschliessen lassen. Man bringt das gewogene Pulver in eine Proberöhre, fügt etwas Jod hinzu, und dann etwas Wasser. Die Einwirkung ist augenblicklich und bei feinem Pulver fast stürmisch. Sobald sich Eisenjodür gebildet hat, löst sich auch das Jod zu einer rothbraunen Flüssigkeit. Diese wird noch einige Mal entfärbt, und durch neuen Zusatz von Jod wieder die braune Farbe hergestellt. Zuletzt erwärmt man die Flüssigkeit etwas. Die Filtration geschieht in derselben Glasröhre, in welcher die Verbrennung geschehen soll. Man nimmt dazu eine sogenannte Chlorcalciumröhre ohne Kugel und bringt einen Asbestpfropf an die Stelle, wo die weite Röhre in die engere übergeht. Der Asbest ist häufig vollkommen rein und brauchbar zu diesem Zwecke. Man muss in jedem Falle sicher sein, dass er keine kohlen-saure Salze und organische Stoffe enthält, welche man durch Ausziehen mit Säuren und nachheriges Glühen beseitigen kann. Diese Röhre befestigt man vorläufig in einen Kork, welcher auf ein Glasgefäss lose passt. Man giesst nun die überstehende Jodflüssigkeit aus der Lösungsröhre in die Röhre mit dem Asbest, und prüft, ob eine kleine Menge zugesetzten Jods keine fernere Einwirkung bedingt. Wenn dies nicht der Fall ist, so spritzt man den ungelösten Rest aus der Proberöhre in die Verbrennungsröhre. Dazu bedient man sich einer Spritzflasche, deren Spitze unter einem halben rechten Winkel nach oben gerichtet ist. Indem man die Probir-röhre ebenfalls in dieser Neigung dicht auf die senkrecht stehende Verbrennungsröhre setzt, richtet man einen Strahl destillirten Wassers genau in die Längenrichtung der Probir-röhre, so dass er den Boden trifft. Es fliessen nun alle festen Theile rasch herunter und sammeln sich auf dem

Asbestpfropf, welcher eine vollkommene Filtration bewirkt. Niemals ist die kleinste Spur von Kohle durch diesen Körper durchgedrungen. Alles lösliche wird durch Aufgiessen von Wasser verdrängt, wobei man die Filtration durch starkes Blasen in die Verbrennungsröhre sehr beschleunigen kann. Man trocknet den Inhalt der Röhre in einem Wasserbade, während man durch einen Aspirator Luft hindurchsaugt.

Zur Verbrennung des Kohlenstoffs wird nun die Röhre einerseits mit dem Absorptionsapparat, wie er bei der Kohlensäurebestimmung der Luft gebraucht wird, andererseits mit einem Kalirohr und Sauerstoffgasbehälter in Verbindung gesetzt. Man erwärmt die Stelle, wo der Asbest liegt, erst gelinde und lässt einen schwachen Strom Sauerstoff durch den Apparat gehen, was man an den Blasen im Absorptionsapparat deutlich erkennen kann und danach regulirt. Es findet auch keine Trübung der in der Knieröhre enthaltenen Kali-Baryt-Flüssigkeit statt. Die noch ausgetriebenen Wassertheilchen treibt man mit einer kleinen Weingeistflamme im Gasstrom vorwärts. Endlich giebt man stärkere Hitze, wobei der Kohlenstoff zu glühen anfängt und wo dann auch augenblicklich im Absorptionsrohr dicke Flocken von kohlensaurem Baryt entstehen. Die Verbrennung des Kohlenstoffs kann man mit dem Hahn des Gasometers so reguliren, dass es nur roth glüht. Oeffnet man etwas stärker, so kommt er ins Weissglühen. Allein auch in diesem Falle ist niemals eine Spur Kohlensäure in das vor dem Absorptionsrohr liegende Gefäss gedrungen, dessen Barytflüssigkeit vollkommen klar blieb. Wenn bei zunehmender Hitze die Masse in der Röhre verfliecht, ist die Verbrennung vollendet, wozu überhaupt nur wenige Minuten Zeit, und höchstens einige Litre Sauerstoffgas nothwendig sind. Man lässt den Sauerstoffstrom noch so lange gehen, bis man sicher sein kann, dass alle Kohlensäure fortgetrieben und absorhirt ist.

Der kohlensaure Baryt wird in der bereits beschriebenen Art in Chlorbaryum verwandelt und in diesem das Chlor mit Zehent-Silberlösung bestimmt.

#### Siebzehntes Kapitel.

### Sulfatanalyse.

Sulfat nennen die Soda- und Glasfabrikanten das rohe schwefelsaure Natron, welches aus Kochsalz und Schwefelsäure dargestellt ist. Von Verunreinigungen sind zu bestimmen die freie Säure und der Kochsalzgehalt.

#### 1) Freie Säure.

Man wäge 10 Grm. ab, löse sie in destillirtem Wasser in der Wärme auf, setze etwas Lakmustinctur zu, und bestimme die freie Säure mit Normalalkalilösung. Die Säure ist als doppelt schwefelsaures Natron vorhan-