

der Gehalt der zu prüfenden Substanz an Nitriten ein verhältnissmässig geringer ist, wie dies ja auch bei den Düngemitteln thatsächlich der Fall ist. Die oben erwähnte Superphosphatprobe wurde mit 10 Proc. Kaliumnitrit gemischt und nach Kjeldahl-Arnold behandelt. Eine vorgelegte Ferrosulfatlösung wurde deutlich braun gefärbt. Sodann wurden nur 6 Proc. Kaliumnitrit zugesetzt, worauf eine vorgelegte Ferrosulfatlösung nicht verändert wurde. Es wurde Stickstoff gefunden nach

Kjeldahl-Arnold	Berechnet
9,810 Proc.	9,899 Proc.

Diese Resultate zeigen die allgemeine Anwendbarkeit der Methode nach meiner Verbesserung. Es ist zu wünschen, dass die Untersuchungen noch auf eine grössere Anzahl von ähnlichen Stoffen ausgedehnt würden, wozu sich namentlich in agriculturchemischen Laboratorien die beste Gelegenheit bieten dürfte.

Hannover, chemisches Laboratorium der Kgl. Thierarzneischule.

Zur technischen Gasanalyse.

Von
Ferd. Fischer.

Eine sichere Betriebsaufsicht ist bei Feuerungen jeder Art, bei Hohöfen, in Schwefelsäurefabriken u. s. w. nur mit Hülfe von Gasanalysen möglich. Auf Grund der Erfahrungen, welche ich bei mehr als 3000 Gasanalysen gesammelt habe, halte ich zur Beurtheilung von Dampfkesselfeuerungen¹⁾, Stubenöfen²⁾, Centralheizungen³⁾, Ziegel- und Porzellanöfen⁴⁾, Ultramarinöfen⁵⁾, Sodaschmelzöfen⁶⁾, Potascheöfen⁷⁾ u. dgl. den früher⁸⁾ beschriebenen Apparat für den handlichsten und besten. Um die geringen Mengen von brennbaren Gasen zu bestimmen, welche in normalen Verbrennungsgasen vorkommen, sind meist selbst genaue maassanalytische Verfahren unzureichend. Solche mit Platinspiralen (Orsat), Palladiumasbest u. dgl.

¹⁾ Dingl. (1878) 229, 130; (1879) 232, 346; 233, 183; Jahresb. 1881, 146, 1045 u. 1050; 1882, 131; 1883, 1289; 1885, 1295.

²⁾ Jahresb. 1879, 1259.

³⁾ Jahresb. 1885, *1321.

⁴⁾ Jahresb. 1883, 619. Dingl. (1878) 228, 248 u. *400.

⁵⁾ Dingl. (1876) 221, 471; (1879) 232, 430.

⁶⁾ Jahresb. 1877, 298; 1880, 274.

⁷⁾ Dingl. (1878) 229, 446.

⁸⁾ Jahresb. 1880, *231.

schaden mehr als sie nützen, da sie zu unrichtigen Schlüssen führen. Hier muss die Gewichtsanalyse mit einer, während eines längeren Zeitraumes unmittelbar durch die Apparate angesaugten Probe (nicht mit eingeschaltetem Gasometer u. dgl.) ausgeführt werden, gleichzeitig aber auch je alle 5 oder 10 Minuten eine Augenblicksprobe mit dem erwähnten Apparate, um den Gang der Verbrennung verfolgen zu können⁹⁾.

Derselbe Apparat ist vortheilhaft zu verwenden zur Untersuchung der Hochofen- und Cupolofengase¹⁰⁾, der Beurtheilung von Puddelöfen¹¹⁾, ja selbst zur Untersuchung der Röstgase in Schwefelsäurefabriken¹²⁾, der Saturationsgase in Zuckerfabriken, zur Beurtheilung von Erdöllampen und Gaskraftmaschinen¹³⁾ u. dgl.

Bei Gasfeuerungen¹⁴⁾ genügt für die gewöhnliche Betriebsaufsicht derselbe Apparat vollkommen. Hier ist ja nur wesentlich dafür zu sorgen, dass die Generatorgase möglichst wenig Kohlensäure (nebst viel Kohlenoxyd) enthalten, die entweichenden

⁹⁾ Z. deutsch. Ing. 1886, 46; Jahresb. 1885, *1295.

Weitaus die meisten Dampfkessel haben einen zu grossen Rost, arbeiten in Folge dessen mit grossem Luftüberschuss und lassen daher viel Wärme in den Schornstein. Die Gase eines Dampfkessels enthielten z. B. 1,8 Proc. Kohlensäure und 19 Proc. Sauerstoff bei 169°, entsprechend einem Wärmeverlust von 3921 W.E. für je 1 k Kohle oder 60 Proc. des Gesamtbrennwerthes. Nachdem Mauerwerk, Rost u. dgl. gründlich ausgebessert, die Zugstärke an der Hand von Gasuntersuchungen geregelt war, enthielten die Gase 18,7 Proc. Kohlensäure und 1,7 Proc. Sauerstoff, entsprechend einem Wärmeverlust von nur 508 W.E. oder 7 Proc.!

Zur gewöhnlichen Betriebsaufsicht genügt es völlig, zeitweilig etwa 3 rasch (je etwa 5 Minuten) hintereinander genomene Gasproben auf Kohlensäure und Sauerstoff zu untersuchen. Je mehr Kohlensäure, ohne Kohlenoxyd, vorhanden ist, um so besser ist die Feuerung (1,1 CO₂ + O müssen bei Steinkohle etwa = 20,5 sein, wenn die Verbrennung vollständig ist).

Namentlich für grössere Anlagen empfiehlt es sich, ein enges Bleirohr mit dem im Rauchcanal befestigten Rohr zu verbinden (hier aber einen losen Asbestpfropf einzuschalten, um Russ u. dgl. zurückzuhalten) und bis in das Laboratorium, den Geschäftsraum u. dgl. zu leiten. Um dann jederzeit Gasproben nehmen zu können, lässt man zunächst so viel Gas absaugen, um die Leitung damit zu füllen, und nimmt dann eine Probe.

¹⁰⁾ Jahresb. 1879, 71; 1884, 37; 1885, 37.

¹¹⁾ Jahresb. 1881, 35; vgl. Ferd. Fischer: Chemische Technologie der Brennstoffe (Braunschweig, Vieweg u. Sohn) S. *222.

¹²⁾ Jahresb. 1885, 209.

¹³⁾ Jahresb. 1883, 1229; Dingl. (1883), 249, 181; Z. deutsch. Ing. 1886, 877.

¹⁴⁾ Vgl. Jahresb. 1880, *931; 1883, 1263; 1885, 1266.

Verbrennungsgase dagegen möglichst viel Kohlensäure, aber kein Kohlenoxyd. Ungenaue Bestimmungen des Wasserstoffes und Kohlenwasserstoffes sind auch hier weithlos.

Will man bei der Untersuchung von

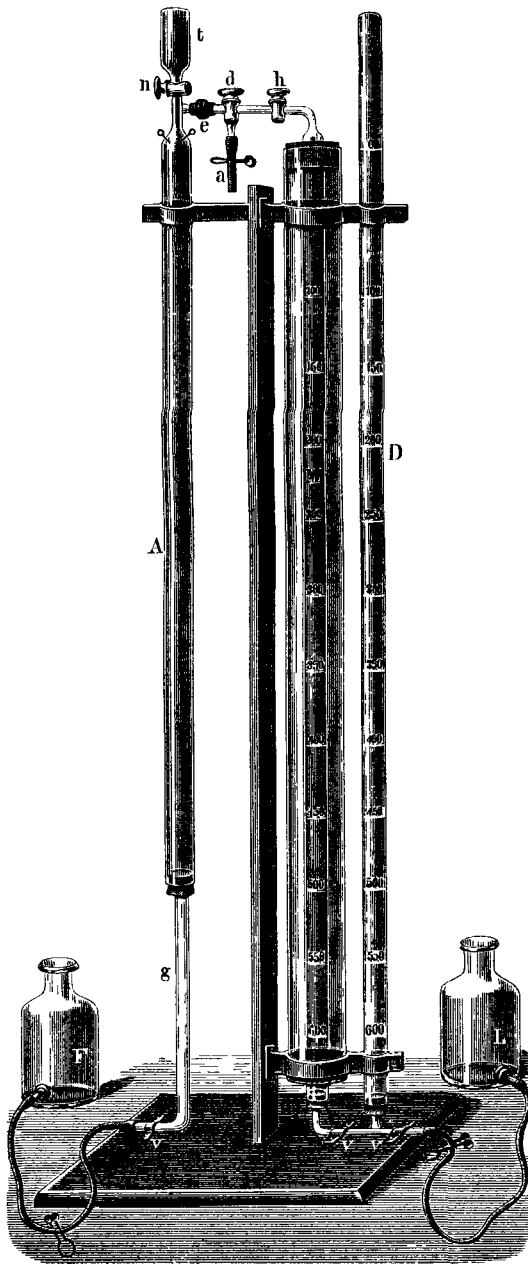


Fig. 3

Generatorgasen neben Kohlensäure und Kohlenoxyd, Wasserstoff und Methan bestimmen, so kann man ohne Quecksilberwanne die früher beschriebenen Apparate¹⁵⁾ in folgender Weise verbinden.

Das Arbeitsrohr *A* (Fig. 3) ist unten durch einen Kautschuckstopfen mit einge-

setztem, nicht zu engem Glasrohre *g* verschlossen, welches durch eine Schelle *v* auf der Bodenplatte befestigt und durch einen starken Gummischlauch (mit starkem Quetschhahn) mit einer Quecksilberflasche *F* verbunden wird. Oben sind die Platindrähte zur elektrischen Zündung eingeschmolzen. Messrohr *M* und Druckrohr *D* sind, ebenfalls durch ein mittels Kautschuckstopfen, eingesetztes und auf der Bodenplatte befestigtes Glasrohr und Gummischlauch mit der Flasche *L* verbunden.

Bei Ausführung der Analyse füllt man die Rohre *A*, *M*, *D* (letztere bis 0) durch Heben der beiden Flaschen mit Quecksilber, schliesst die Quetschhähne auf den Schläuchen und die drei Glashähne, füllt das Schlauchende *a* mit Wasser (oder Quecksilber), steckt das eine ausgezogene Ende der die Gasprobe enthaltenden, an beiden Enden zugeschmolzenen Glaskugel¹⁶⁾ hinein, bricht die Spitze innerhalb des Schlauches ab, taucht das andere Ende in Wasser, bricht auch hier die Spitze ab, dreht Hahn *d* so, dass die Verbindung mit Rohr *A* hergestellt ist und saugt die Gasprobe durch Senken der Quecksilberflasche *F* nach *A* herüber. Nun dreht man Hahn *d* und *h* um 90° und treibt durch Heben der Quecksilberflasche *F* und Senken der anderen Flasche *L* die erforderliche Menge des Gases in das Messrohr *M*. Ist im Rohre *A* ein Gasrest und etwaiges übergesogenes Wasser enthalten, so drückt man diese durch Hahn *d* nach aussen. Nun wird die Gasprobe gemessen, durch Trichter *t* 0,8 bis 1 cc Kalilauge in das Rohr *A* gelassen, dann die Gasprobe aus *M* nach *A* übergeführt, nach der Bindung der Kohlensäure wieder nach *M* (bis die Kalilauge eben *d* berührt) und wieder gemessen. Vermuthet man die Gegenwart von Sauerstoff, so lässt man durch *t* etwa 0,5 cc Pyrogallussäurelösung nach *A* eintreten und dann die Gasprobe, um in bekannter Weise den Sauerstoff zu bestimmen.

Um nun die brennbaren Gase zu bestimmen, wird das Rohr *A* gereinigt, indem man durch Trichter *t* Wasser eingiesst, die Quecksilberflasche *F* senkt, dann hebt, so dass die Waschflüssigkeit durch Hahn *d* und Schlauch *a* abfließt. Nach beendeter Reinigung lässt man durch Schlauch *a* in das Rohr *A* reinen Sauerstoff treten, stellt die Hähne *d* und *h* so, dass durch Heben der Flasche *F* und Senken der anderen Flasche *L* die erforderliche Menge Sauerstoff in das Rohr *M* tritt¹⁷⁾. Nach geschehener Messung

¹⁵⁾ Jahresb. 1880, *932.

¹⁷⁾ Auf je 100 Vol. gewöhnliches Generatorgas

¹⁵⁾ Jahresb. 1880, *934.

drückt man das Gasgemisch nach *A*, lässt den Funken überspringen, bestimmt in bekannter Weise die Contraction, die gebildete Kohlensäure und den Stickstoff und berechnet in der früher angegebenen Weise¹⁸⁾.

Wenn man das Gasgemenge nicht soweit kennt, um die Wirkung der Explosion sicher beurtheilen zu können, so lässt man von demselben zunächst etwa 100 Vol. nach *A* treten, schliesst die Hähne *d* und *h*, setzt die Quecksilberflasche *F* auf die Bodenplatte des Apparates, öffnet den Quetschhahn, so dass sich das Gas stark ausdehnt und lässt nun den Funken überspringen. Man erkennt dann leicht, ob man beim Explodiren des grösseren Restes zum Abschwächen der Explosion ebenfalls Druckverminderung anwenden muss. Enthält das Gas unter 30 Proc. brennbares Gemisch, so giebt man passend etwas höheren Druck, bei 30 bis 40 Proc. gewöhnlichen Druck (indem man bei geöffnetem Quetschhahn die Quecksilberflasche *F* etwa so hoch aufstellt, als das Quecksilber in *A* steht), bei 40 bis 60 Proc. (nicht mehr!) aber Minderdruck, wie vorhin angegeben. Der Anfänger soll ferner stets während der Entzündung zwischen Rohr *A* und Auge eine starke Spiegelglasscheibe stellen. Der Apparat giebt bei sehr bequemer Handhabung sichere Resultate, so dass ihn Verf. für vorliegenden Zweck allen anderen vorzieht¹⁹⁾.

Für Fabriklaboratorien wird man in vielen Fällen Wasser als Sperrflüssigkeit in der Flasche *L* verwenden können, während in *F* Quecksilber unentbehrlich ist. Rohr *D* kann dann entbehrt werden, Rohr *M* wird, statt in Millimeter in 100 Vol. getheilt, der Wasserstand in Flasche *L* und Rohr *M* vor jeder Ablesung in gleiche Höhe eingestellt, so dass dann — da während der zu einer Analyse erforderlichen kurzen Zeit Temperatur und Barometerstand wohl unverändert bleiben — alle Umrechnungen unnöthig sind. Da aber letzterer Vortheil auch dadurch zu erreichen ist, dass man das Quecksilber in den Rohren *M* und *D* vor jeder Ablesung genau auf gleiche Höhe stellt²⁰⁾, so ziehe

25 bis 30 Vol. Sauerstoff: bei reichen Gasen (Wassergas u. dgl.) auf 100 Vol. aber 50 Vol. Sauerstoff und 100 Vol. atmosphärische Luft, um die Explosion zu mässigen. Sind dagegen die Gase arm, so lässt man elektrolytisches Knallgas zutreten, bis das Gemenge etwa 30 Proc. brennbares Gemisch enthält.

¹⁸⁾ Jahresb. 1880, 933.

¹⁹⁾ Derselbe ist vom Universitätsmechaniker W. Apel in Göttingen zu beziehen.

²⁰⁾ Hat man kein Fernrohr (Kathetometer) zur Hand, so stellt man hinter die Rohre *M* und *D* einen Spiegel senkrecht auf und hält bei jeder Ab-

ich doch den Apparat (Fig. 3) mit Quecksilber in beiden Flaschen vor.

Dass der Apparat auch zur Untersuchung der Gase aus den Retorten der Zinköfen²¹⁾, der Holzdestillation²²⁾ u. dgl. ebenfalls sehr geeignet ist, möge nur nebenbei erwähnt werden.

Als bewährte Hahnschmiere empfehle ich ein Gemisch von geschmolzenem Parakautschuk und Vaseline.

1. Wasser und Eis.

(Patentkl. 13, 17 u. 85.)

Eine Schmiervorrichtung für Eismaschinen beschreibt E. Fixary in Paris (*D.R.P. Nr. 36 881 v. 28. Jan. 1886).

Zum Reinigen des Dampfkesselspeisewassers will E. W. Vanduzen in Newport (*D.R.P. Nr. 37 038 v. 6. Apr. 1886) dasselbe durch einen (nicht empfehlenswerthen) Vorwärmer führen.

Bei dem von W. T. Glover in Salford gelieferten Hochdruckfilter geht das durch

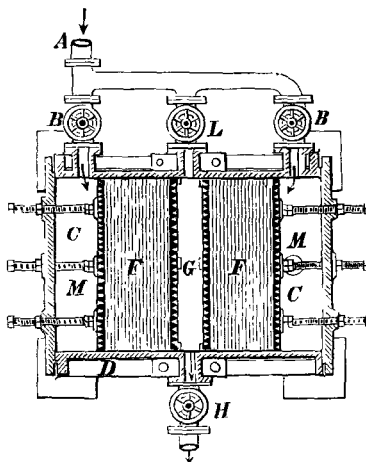


Fig. 4.

die Hähne *B* (Fig. 4) eintretende Wasser von dem ringförmigen Raume *C* aus durch die Filterschichten *F* in das Siebrohr *G*, um nach unten durch *H* abzufließen. Um den abgesetzten Schlamm zu entfernen, lässt man kurze Zeit durch Schliessen der Hähne *B* und Öffnen von *L* das Wasser in umgekehrter Richtung gehen, so dass der Schmutz durch Öffnungen *M* abfließt (Industries 1886, 281).

Die Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes der organischen Substanz in Was-

lesung den Kopf so, dass man über Quecksilberkuppe in das Spiegelbild des Auges sieht um den Fehler der Parallaxe zu vermeiden.

²¹⁾ Jahresb. 1880, 187.

²²⁾ Jahresb. 1880, 417.