

207. Otto Pettersson und A. Smitt:
Eine neue Methode zur Bestimmung des freien und gebundenen
Kohlenstoffs in Eisen und Stahl.

[Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 13. Mai.)

Eine gewogene Menge von 0.4 bis 0.8 g des Eisens, wovon am besten ein einziges Stück dünn gehämmertes oder gewalztes Blech oder auch Feil- oder Drehspähne geeignet ist, wird in schmelzendem Kaliumbisulfat aufgeschlossen. Die Operation verläuft rasch und glatt in 5—12 Minuten¹⁾. Aus dem Eisen entsteht Ferrisulfat, wobei sich eine äquivalente Menge schweflige Säure entwickelt. Der gebundene Kohlenstoff oxydirt sich zu Kohlensäure; der Graphit restirt in glänzenden krystallinischen Blättern, welche unter dem Mikroskop vollkommen ähnlich dem natürlichen Graphit aussehen.

Durch Ueberleiten von kohlenstofffreier Luft wird die schweflige Säure und die Kohlensäure entfernt und in einer abgemessenen Menge von Natron- und Barytlauge absorbirt, wobei Baryumsulfit und Carbonat ausfallen.

Ersteres wird durch Permanganat im geringen Ueberschuss zu Sulfat oxydirt, wonach die Lösung mit Salpetersäure sauer gemacht und die Kohlensäure nach der im folgenden Aufsatz beschriebenen Methode bestimmt wird, wobei ein kleines Stück Aluminiumdraht als Gasentwickler dient.

In der Kalium-Ferrisulfatschmelze befindet sich der graphitische Kohlenstoff. Diese Schmelze ist nach dem Erstarren vollkommen weiss und löst sich leicht beim Erwärmen mit Salzsäure. Der Graphit wird auf ein kleines Platinfilter mit Asbest genommen, getrocknet, gelinde geglüht und gewogen. Danach leitet man einige Minuten einen Luftstrom, mit nitrösen Dämpfen beladen, durch ein Glasrohr, woran der Stiel des Platinfilters (welches im Glühen gehalten wird) angesetzt ist. Nachdem der Graphit verbrannt ist, wägt man das Filter, welches dann unmittelbar zu einer neuen Bestimmung dienen kann.

Das Ausarbeiten und die Prüfung der obigen Methode hat mehr als drei Jahre beansprucht, ehe die gewünschte Genauigkeit²⁾ von 0.01 bis 0.02 pCt. durch die Vervollkommnung des Verfahrens gesichert wurde. Wir besitzen deshalb ein grosses Material von Be-

¹⁾ Bei Anwendung von Feil- oder Drehspähnen dauert die Aufschliessung länger.

²⁾ Bei der Analyse von kohlenstoffarmen Eisensorten. Bei Gusseisen und kohlenstoffreicheren Eisensorten braucht man dieser Genauigkeit nicht nachzustreben und benutzt kleinere Proben, etwa 0.2 bis 0.3 g, zur Analyse.

leganalysen. Da aber jetzt eine vergleichende Arbeit über sämtliche Methoden zur Bestimmung des Kohlenstoffs in Eisen in Aussicht gestellt wird, woran wir uns zusammen mit mehreren in- und ausländischen Chemikern betheiligen werden, halten wir es für gerathen, die Einzelheiten der Methode und der Versuche später in analytischen Fachzeitschriften zu publiciren und zwar zuerst in »Svenska Jernkontorets Annalen«.

Stockholms Högskolas Laboratorium, Mai 1890.

208. Otto Pettersson: Kohlensäurebestimmungsmethode.

(Eingegangen am 13. Mai.)

In dem Folgenden beschreibe ich ein generelles Verfahren, Kohlensäure in allen festen und flüssigen Substanzen quantitativ zu bestimmen. Besonders eignet sich dasselbe zur Bestimmung der Kohlensäure im gelösten oder theilweise gebundenen Zustand wie z. B. in natürlichem Quellen- oder Meerwasser.

Die kohlensäurehaltige feste Substanz oder Flüssigkeit wird in einem Kochkolben *B* mit verdünnter Säure in vacuo gekocht und die Kohlensäure zugleich durch Wasserstoff verdrängt, welcher sich von einem kleinen Stück Eisen- oder Aluminiumdraht in *B* entwickelt. Diese Wasserstoffentwicklung ist unumgänglich nothwendig, theils um den letzten Rest der Kohlensäure zu verdrängen, theils um das sonst am Ende des Versuchs auftretende heftige Stossen der luftfreien Flüssigkeit zu vermeiden. Um nicht von grossen Wasserstoffquantitäten bei dem Messen der Gase belästigt zu werden, wird das kleine Stück Eisendraht in ein längeres Stück capillares Glasrohr hineingeschoben (wenn man Salzsäure anwendet). Benutzt man Salpetersäure — wie es bei der in dem vorhergehenden Aufsatz von mir und A. Smitt angegebenen Methode zur Bestimmung des Kohlenstoffs in Eisen aus gewissen Gründen nothwendig ist — so liefert ein kleines Stück Aluminiumdraht mit Platindraht umwunden gerade die minimale Gasmenge, welche man zur Vertreibung der Kohlensäure braucht.

Die bei dem Kochen entwickelten Gase werden in der Bürette *D* über Quecksilber im feuchten Zustand gemessen, wonach die Kohlensäure in gewöhnlicher Weise durch Absorption mittelst Kalilauge im Orsat-Rohr *E* zu entfernen ist. Die rückständige kohlensäurefreie Luft kann man jedesmal durch den Hahn *c* nach Belieben ganz oder theilweise entfernen, wonach man durch Senken des Quecksilberreservoirs *F* die Bürette und den Raum oberhalb der Flüssigkeit in *C* beliebig evacuir, so dass das Kochen unter einem geringen Druck