

gegenüber dem einer mit reinem Wasser verdünnten Säure wesentlich herabgesetzt ist.

Die Zuleitung des Kohlendioxyds zum Verbrennungsrohr erfolgt durch ein gläsernes Verbindungsstück, welches aus einer Thermometerröhre *R* besteht, an deren einem Ende eine Glasröhre von der gleichen Dimension angesetzt ist, wie die der Röhre am Hahn des Kippschen Apparates, und an dessen anderes Ende wegen der leichteren Handlichkeit und geringeren Zerbrechlichkeit des Ganzen mittels eines gut sitzenden Kautschukschlauches eine sich verjüngende Thermometerkapillare angesteckt wird. Letztere besorgt den Anschluß an das Verbrennungsrohr, indem sie in die Bohrung des darin steckenden Kautschukpropfens hineingeschoben wird. Die Thermometerröhre selbst ist je nach dem verfügbaren Platz entweder bajonettförmig gebogen, so daß der Kippsche Apparat nicht nur vom Experimentator und vom Tischrande weiter nach rückwärts, sondern auch weiter seitlich zu stehen kommt; oder die Thermometerröhre wird zweimal rechtwinkelig nach derselben Seite hin gebogen, so daß der Kippsche Apparat unmittelbar hinter dem Verbrennungsgestell Platz findet, d. h. die ganze Aufstellung erfordert dann noch weniger an Tischlänge wie die früher genannte. Der erweiterte Glasansatz der Thermometerröhre wird mit einem gut passenden, innen mit Glyzerin befeuchteten Kautschukschlauch an den horizontal verlaufenden Glashahn des Kippschen Apparates so angefügt, daß sich Glas an Glas in unmittelbarer Berührung befindet und mit mehreren Lagen eines starken Papierstreifens umwickelt und festgebunden, um Knickungen des Schlauchstückes zu vermeiden. Das andere Ende der Thermometerröhre, an welches die konisch verjüngte Kapillare angesteckt ist, stattet man, um nachträgliche Verbiegungen des Verbrennungsrohres zu vermeiden, mit einer an ein umgekehrtes V erinnernden Stütze aus Draht aus, die ihr eine bleibende Höhelage von 21 cm über der Tischplatte sichert.

Die Füllung und Herrichtung des Verbrennungsrohres für die gasvolumetrische Stickstoffbestimmung.

In ein mit Schnabel versehenes Verbrennungsrohr von 400 mm Länge, wie es schon bei der Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung ausführlich beschrieben worden ist, schiebt man mit dem Glas-

stab von der weiten Öffnung aus ein ausgeglühtes Asbestbäuschen bis zum Schnabel vor und drückt es dort mäßig zusammen. Darauf bringt man Kupferoxyd in Drahtform, dessen längere Stücke durch leichtes Zerdrücken in der Reibschale zerbrochen worden sind, in einer Länge von 130 mm und darauf, um diese „bleibende Füllung“ in ihrer Lage zu erhalten, wieder einen mäßig gestopften Asbestpfropf. Nun schiebt man die kürzere (40 mm) Drahtnetzrolle über die so gefüllte Röhre, legt sie auf ein Verbrennungsgestell, reduziert, beim letzterwähnten Asbestpfropf anfangend und mit dem Brenner langsam fortschreitend, eine Strecke von etwa 40 mm mit Hilfe eines durch die weite Öffnung des Verbrennungsrohres eintretenden, zuvor mit saurer Permanganatlösung gewaschenen Wasserstoffstromes und läßt darin erkalten. Es empfiehlt sich nun, das Rohr mit seiner „bleibenden Füllung“ vor seiner ersten Verwendung in seiner ganzen Ausdehnung einmal im reinen Kohlendioxydstrom auszuglühen und darin erkalten zu lassen. Man läßt es auch bei Nichtgebrauch stets im Verbrennungsgestell liegend und in Verbindung mit dem Kippschen Apparat und mit dem Verbindungsstück zum Azotometer verschlossen unter CO_2 -Druck stehen. Bei Beachtung dieser Vorsicht wird man es erst nach einigen Hunderten von Analysen wieder notwendig haben, die reduzierte Strecke frisch zu reduzieren. Die gefüllte Verbrennungsröhre stets unter CO_2 -Druck stehen zu lassen, hat den weiteren Vorteil, daß die Luftverdrängung bei der Analyse rascher und vollständiger erfolgt, und ist der Grund, warum ich der Entwicklung des Kohlendioxyds im Kippschen Apparat gegenüber jener aus Bikarbonat durch Erhitzen unbedingt den Vorzug gebe, abgesehen davon, daß flüchtige Körper beim Darüberleiten von warmer Kohlensäure sehr merkbare Verluste erleiden.

Auf die „bleibende Füllung“ folgt die bei jeder Bestimmung neu anzufertigende Füllung, indem man aus dem Vorratsgefäß drahtförmiges Kupferoxyd durch schöpfende Bewegungen mit dem offenen Ende des Verbrennungsrohres in dieses in einer Länge von etwa 90—100 mm einfüllt. Das sorgfältig ausgeglühte drahtförmige Kupferoxyd bewahrt man sich am besten in einem dickwandigen, 30 mm im Durchmesser messenden Reagenzglas auf, das mit einem tadellosen Kork verschlossen wird. In einem zweiten solchen Gefäß hält man sich ausgeglühtes feinpulvriges, besser noch schuppiges

Kupferoxyd bereit. Von diesem bringt man auf die soeben hergestellte Füllung mit grobem Kupferoxyd eine kleine Menge in der Länge von einigen Millimetern, nur um zu verhindern, daß Teilchen der später einzuführenden Substanz in die grobe Füllung hineinfallen und dort einer vorzeitigen Verbrennung anheimfallen. Die Überführung der abgewogenen Substanz, die sich mit Kupferoxyd bedeckt und innig gemischt im wohlverkorkten „Mischröhrchen“ befindet, erfolgt mit Hilfe eines Einfülltrichters (Fig. 18). Diesen bereitet man sich durch Ausziehen eines gewöhnlichen Reagenzglases in seiner Mitte bis auf einen Durchmesser von 5 mm in einer Länge von etwa 60 mm. Durch den auf das Verbrennungsrohr aufgesetzten Fülltrichter läßt man die in dem Mischröhrchen mit feinem Kupferoxyd sorgfältig durchgeschüttelte Substanz in das Verbrennungsrohr hineingleiten, nachdem man dessen Kork unter langsamem Drehen und fortwährendem Klopfen daraus entfernt hat. Dadurch vermeidet man das Haftenbleiben von Substanzteilchen am Kork. Um auch die letzten Reste der Substanz aus dem Mischröhrchen zu entfernen, schöpfe man mit dessen offenem Ende aus dem Vorratsgefäß etwa die Hälfte der früher angewendeten Menge feinen Kupferoxyds, verschließe es neuerlich mit dem Kork und schüttle heftig, so daß alles etwa noch Anhaftende in innige Mischung gebracht wird. Nach Überführung des Mischröhrcheninhaltes in das Verbrennungsrohr ist dieser Vorgang nochmals zu wiederholen. Nach dem geschilderten Vorgang befindet sich nun im Verbrennungsrohr eine Füllung mit feinem Kupferoxyd in der Länge von insgesamt etwa 40 mm. Nach Entfernung des Fülltrichters bringt man darauf noch eine Schicht von etwa 40—50 mm groben Kupferoxyds. Nachdem die Verbrennungsröhre schnabelwärts mit einer passenden Drahtnetzrolle von etwa 150 mm Länge und an dem Ende ihrer offenen Mündung mit einer solchen von etwa 40 mm ausgestattet worden ist, legt man sie in das Verbrennungsgestell, verbindet ihr offenes Ende mittels eines durchbohrten Kautschukpfropfens mit den Zuleitungsröhren des Kippschen Apparates und ihr Schnabelende mit dem Zwischenstück des Präzisions-Mikroazotometers durch Darüberziehen eines dickwandigen, tadellosen Gummischlauchstückes.

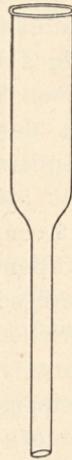


Fig. 18.
Einfülltrichter.
($\frac{1}{2}$
natürl.
Größe.)