

Bleidioxydes läßt sich nur durch Fehlanalysen reiner Testsubstanzen feststellen.

Da die Mikro-Kohlenstoff-Wasserstoffapparatur oft nur fallweise, nach längeren Pausen in Betrieb gesetzt wird, ergeben sich in vielen Fällen Schwierigkeiten bei der Durchführung der Bestimmungen. Das langwierige Arbeiten an der Apparatur, um diese in Ordnung zu bringen, vor allem aber die Unsicherheit der Analysenresultate bei Apparaturen, die nur zeitweise benützt werden, lassen sich nur durch eine Rohrfüllung umgehen, bei welcher das Bleidioxyd leicht ausgetauscht und zweckentsprechend vorbehandelt werden kann. Die Durchführung dieser Bedingung, welche von einer weiteren weitgehenden Abänderung der Apparatur begleitet ist, wird im folgenden Abschnitt besprochen.

Die Preglsche Mikro-Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung ist außer der Originaldarstellung in seinem Lehrbuche „Die quantitative organische Mikroanalyse“ bereits in einer Reihe von Hand- und Laboratoriumsbüchern vollständig wiedergegeben worden. Aus diesem Grunde wird von einer nochmaligen ausführlichen Wiedergabe der Methode Abstand genommen.

Eine Reihe bemerkenswerter Abänderungen der Preglschen Originalmethodik ist in C. Weygands Buch „Quantitative analytische Mikromethoden der organischen Chemie in vergleichender Darstellung“ (Akademische Verlagsgesellschaft Leipzig, 1931) in ausführlicher Weise wiedergegeben.

Vereinfachte Apparatur zur Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung nach A. Friedrich.¹⁾

Die vereinfachte Apparatur stellt in allen Punkten die logische Weiterentwicklung der Preglschen Apparatur dar. Für das verlässliche Funktionieren derselben waren folgende Punkte maßgebend:

1. Die fixe Rohrfüllung entfällt, an ihre Stelle tritt ein Platinkontakt. Zur Verbrennung von Stickstoff-, Halogen- oder Schwefelverbindungen wird das Bleidioxyd in zwei Schiffchen vorgelegt und unmittelbar vor einer Reihe aufeinanderfolgender Bestimmungen durch Erhitzen gereinigt. Der Bremspfropf als sehr zweckdienliche Einrichtung wird beibehalten. Sämtliche

¹⁾ Über die quantitative mikroanalytische Bestimmung des Kohlenstoffes und Wasserstoffes. Mikrochemie 10, 329 (1931).

Fehlerquellen durch Rohrfüllung und Bleisuperoxyd sind dadurch ferngehalten.

2. Die Absorptionsapparate sind von der gleichen Form wie die bewährten Apparate Pregls, jedoch durch Hähne verschließbar und ohne kapillare Verengungen an den Ansatzröhren. Sie leisten dem Gasstrom keinen Widerstand; die Mariottesche Flasche wird daher entbehrlich. Da sie mit Sauerstoff gefüllt gewogen werden können, entfällt ein Gasometer. Fehlerquellen durch atmosphärische Einflüsse kommen nicht in Betracht.

3. An Stelle des Druckreglers tritt ein kleiner Apparat, der Gasströmungsmesser, welcher die genaue Einstellung des Gasstromes und die direkte Ablesung der jeweiligen Gasgeschwindigkeit ermöglicht.

4. Das U-Rohr, dessen Schenkel mit Chlorcalcium bzw. Natronkalk gefüllt sind und das zur Reinigung des Sauerstoffes dient, ist mit Hähnen versehen, so daß sowohl die Feuchtigkeit von außen ferngehalten, wie auch der gegenseitige Feuchtigkeitsaustausch der Präparate verhindert wird, so lange die Apparatur außer Betrieb steht.

5. Zur Reinigung des Sauerstoffes kann das Katalysatorröhrchen von Böck-Beaucourt¹⁾ verwendet werden, welches organische Verunreinigungen zu Kohlensäure und Wasser verbrennt.

6. Die Verbrennung der Substanz erfolgt nicht im Platinschiffchen, sondern nach einer neuen Methode in kleinen Hartglasröhrchen, wodurch eine weitgehende Entlastung des Platinkontaktes erzielt wird. Diese Methodik erleichtert die Leitung des Verbrennungsprozesses und sichert den quantitativen Verlauf desselben.

Die Apparatur.

Die Apparatur ist in Abb. 4 wiedergegeben und besteht aus drei Teilen: die Zuleitungsapparatur, das Verbrennungsrohr und die Absorptionsapparate.

Die Apparate, welche sich zwischen Gasometer und Verbrennungsrohr befinden, haben den Zweck, den Sauerstoffstrom in einer Geschwindigkeit von 4 ccm pro Minute und in vollkommen reinem Zustande dem Verbrennungsrohre zuzuführen. Die Zuleitungsapparatur besteht aus drei aneinandergeschlossenen Apparaten: dem Gasregulator, dem Katalysatorröhrchen und dem U-Rohr.

¹⁾ Mikrochemie 6, 133 (1928).

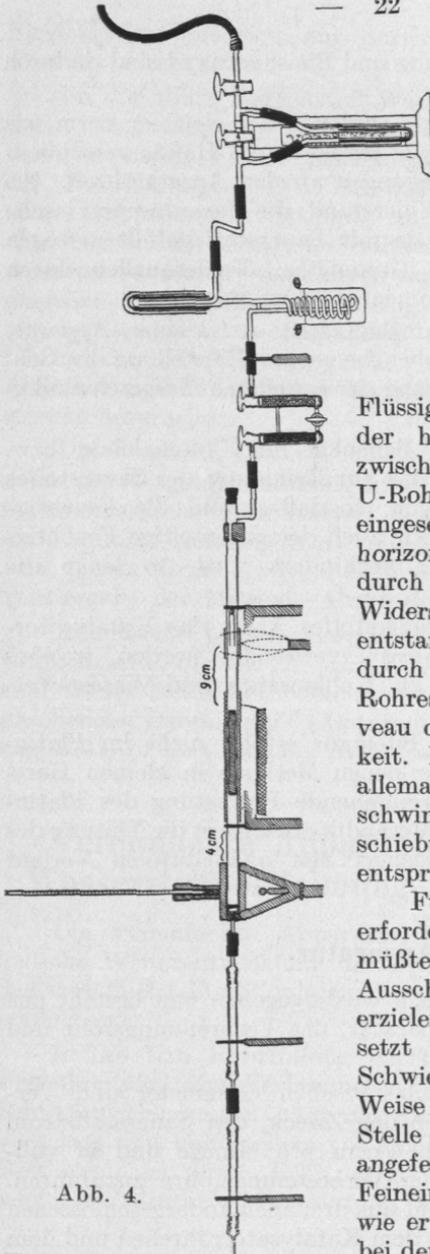


Abb. 4.

Der Gasregulator. Zur Messung der Gasgeschwindigkeit wird ein Apparat nach dem Prinzip des Gasströmungsmessers von Riesenfeld¹⁾ verwendet. Diese Gasströmungsmesser bestehen aus einer horizontalen Röhre, an welche in senkrechter Richtung ein U-Rohr angeschmolzen ist, das bis zur halben Höhe mit einer

Flüssigkeit gefüllt wird. In dem Teil der horizontalen Röhre, welcher zwischen den beiden Mündungen des U-Rohres liegt, ist eine Kapillare eingesetzt. Strömt Gas durch die horizontale Röhre, so wird diesem durch die kapillare Verengung ein Widerstand entgegengesetzt. Der entstandene Gasdruck pflanzt sich durch den einen Schenkel des U-Rohres fort und verschiebt das Niveau der darin befindlichen Flüssigkeit. Durch Messung wird ein für allemal ermittelt, welcher Gasgeschwindigkeit eine bestimmte Verschiebung der Flüssigkeitsmenisken entspricht.

Für die in der Mikroanalyse erforderlichen Gasgeschwindigkeiten müßte, um einen entsprechenden Ausschlag der Flüssigkeitssäule zu erzielen, eine Haarkapillare eingesetzt werden. Diese technische Schwierigkeit wurde in einfacher Weise dadurch behoben, daß an Stelle einer Kapillare ein Hahn mit angefeilter Bohrung (sogenannte Feineinstellung) verwendet wurde, wie er seinerzeit zur Gasregulierung bei der Mikro-Stickstoffbestimmung

¹⁾ E. H. Riesenfeld, Chem. Ztg. **42**, 510 (1918); Ostwald-Luther, Physiko-chemische Messungen, IV. Auflage, Akademische Verlagsgesellschaft Leipzig 1925.

(Dumas) von Pregl eingeführt wurde. Durch einfache Drehung dieses Hahnes läßt sich nun jeder gewünschte kapillare Widerstand einstellen, wodurch der Gasströmungsmesser für jeden Bereich regulierbar zum Universalströmungsmesser wird.

In Abb. 5 ist der Apparat, welcher Gasgeschwindigkeitsmesser und Druckregler gleichzeitig ist, wiedergegeben. Er hat außer dem Hahn H_1 , welcher die Kapillare ersetzt, noch den Hahn H_2 , der ebenfalls Feineinstellung besitzt. Beide Hähne werden ganz schwach mit Vaseline gefettet¹⁾. Das U-Rohr ist der Bequemlichkeit halber ein Stück für sich und mit dem oberen Teil des Apparates durch Druckschläuche verbunden. Die Röhren stoßen im Kautschukschlauch zusammen. Als Meßflüssigkeit dient Paraffinum liquidum, welches mit etwas Sudan angefärbt ist. Die Skala ist verschiebbar.

Zur Eichung des Strömungsmessers läßt man in der Richtung von Hahn H_2 her Sauerstoff durchströmen und verbindet das entgegengesetzte Ende mit der Mariotteschen Flasche²⁾. Zunächst stellt man den Hahn H_1 auf volle Öffnung und reguliert den Hahn H_2 so ein, daß ungefähr 4 ccm Gas pro Minute durchströmen, gemessen am abtropfenden Wasser der Mariotteschen Flasche, deren Hebel vorher so weit gesenkt wird, daß die ganze Einleitungsröhre mit Luft gefüllt ist. Dann dreht man den Hahn H_1 so weit zu, daß die im U-Rohr befindliche Flüssigkeit genau um 20 mm vom Niveau abweicht. Die Feinregulierung des Hahnes erfolgt am besten durch Klopfen an der Hahnspindel mittels eines Hornlöffels oder eines kleinen Holzstieles. Durch die Drosselung des Hahnes H_1 wird die Gasgeschwindigkeit vermindert; man mißt die Gasgeschwindigkeit durch einige Minuten (Mariottesche Flasche) und berechnet das pro Minute durchgegangene Volumen.

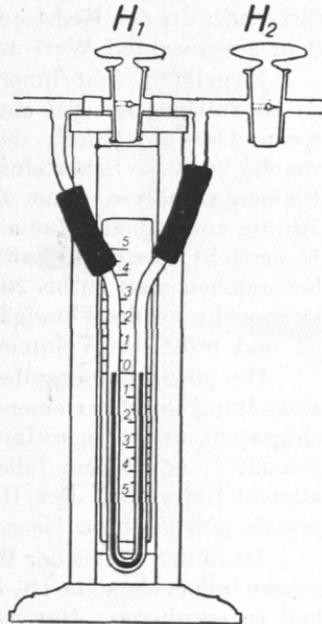


Abb. 5.

¹⁾ Beim Hahn H_1 läßt man die Spindel in der Mitte fettfrei, um den Gaskanal vollkommen rein zu halten. In das Zu- und Ableitungsröhrchen gibt man etwas Watte als Staubfilter.

²⁾ Mariottesche Flasche s. S. 39.

Für die weitere Einstellung kann man sich schon der Ableseung an der Skala bedienen. Findet man z. B., daß nach der ersten Einstellung des Hahnes H_1 auf 20 mm Niveaudifferenz nur 3,7 ccm Sauerstoff pro Minute durchgehen, so dreht man den Hahn H_2 etwas stärker auf (vorsichtig klopfen), bis die Flüssigkeit im U-Rohr auf 22 mm steigt (1 mm ist ungefähr 0,2 ccm) und reguliert anschließend wieder den Hahn H_1 auf 20 mm Niveaudifferenz. In der Regel kommt man mit der zweiten Einstellung dem gewünschten Wert schon sehr nahe.

Es gelingt leicht, innerhalb einer halben Stunde den Hahn H_1 so zu stellen, daß bei einer Niveaudifferenz von 20 mm genau 4 ccm Gas pro Minute den Apparat passieren. Unbedingt notwendig ist diese Scharfeinstellung nicht, da es für die Zwecke der Elementaranalyse ohne Belang ist, ob 3,9 oder 4,1 ccm pro Minute zuströmen. Hat man die richtige Einstellung des Hahnes H_1 erreicht, überprüft man dieselbe nochmals durch einen Versuch, bei welchem man 10 bis 20 Minuten lang Sauerstoff durchströmen läßt, während die Flüssigkeitssäule genau um 20 mm verschoben ist und mißt das Volumen.

Die ganze Eichung des Strömungsmessers bedarf bei Scharfeinstellung ungefähr einer Stunde Zeit. Ist der Hahn H_1 richtig eingestellt und überprüft, läßt man einige Tropfen Krönigschen Glaskitt¹⁾ auf diesen fallen, wodurch seine Einstellung ein für allemal fixiert ist. Der Hahn H_2 bleibt für die Einstellung der jeweils gewünschten Gasgeschwindigkeit beweglich.

Da in der Praxis der Widerstand des geheizten Verbrennungsröhres immer derselbe ist, braucht man den Hahn H_2 nur manchmal zu regulieren. Hat nach mehrstündigem Betrieb der Druck des Gasometers nachgelassen, so sinkt die Flüssigkeit im Strömungsmesser um einige Millimeter; durch Klopfen an der Hahnspindel H_2 wird die Gasgeschwindigkeit wieder einreguliert.

Veränderungen der Gasgeschwindigkeit während der Verbrennung sind direkt an der Skala ersichtlich; kommt es zur Explosion einer Substanz, so ruft der momentane Druck eine Senkung der Flüssigkeitssäule im vorderen Schenkel hervor. Diese wird jedoch durch den Widerstand des Kapillarahnes H_2 und durch den Gegendruck des Gasometers wieder aufgehalten, so daß es nur zu einer vorübergehenden Verschiebung der Menisken kommt.

Beim Gebrauch des Gasregulators beachte man, daß dieser zur Messung kleiner Gasmengen eingerichtet ist, die Regulierung

¹⁾ Krönigscher Glaskitt wird durch Zusammenschmelzen von einem Teile Wachs und vier Teilen Kolophonium hergestellt.

des Hahnes H_2 hat daher immer vorsichtig zu geschehen. Ein momentaner Überdruck kann die Flüssigkeit aus dem U-Rohr werfen.

Nach Neufüllung des Gasometers schließt man den Hahn H_2 und stellt die gewünschte Gasgeschwindigkeit neuerlich vorsichtig ein.

Eine Störung beim Gasregulator kann hervorgerufen werden, wenn in den fixierten Hahn H_1 Schmutz gelangt und die Kapillare verstopft. Man prüft den Apparat, indem man Gas durchströmen läßt, die Niveaushöhe der Flüssigkeit beobachtet und dann dem Gasstrom den Austritt absperrt. Die Flüssigkeit muß innerhalb weniger Sekunden auf den Nullpunkt zurücksinken, da sich beiderseitig gleicher Druck einstellt. Ist dies nicht der Fall, wird der Hahn H_1 herausgenommen, der ganze Apparat geputzt, die Hähne wieder eingesetzt und dann Hahn H_1 von neuem geeicht.

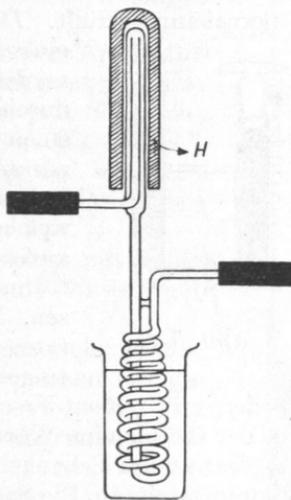


Abb. 6.

Katalysatorröhrchen. An den Gasregulator anschließend kommen zwei kleine Apparate, welche die Gasreinigung besorgen. Der erste ist das von Böck und Beaucourt¹⁾ geschaffene Katalysatorröhrchen. Es besteht, wie aus Abb. 6 ersichtlich ist, aus einem kleinen Röhrchen, welches mit Platinasbest gefüllt ist und vom Gasstrom der ganzen Länge nach durchströmt wird. Über das Röhrchen ist ein elektrischer Heizkörper H gestülpt, welcher direkt an die Stromleitung angeschlossen werden kann und das Röhrchen in kurzer Zeit bis zur dunklen Rotglut erhitzt. In diesem Röhrchen werden sämtliche organische Verunreinigungen des Sauerstoffes, woher immer sie stammen, zu Kohlendioxyd und Wasser verbrannt. An das Katalysatorröhrchen wurde eine Kühlspirale angeschmolzen, die in ein Becherglas mit Wasser taucht und das erhitzte Gas kühlt, ehe es die nächste Schlauchverbindung passiert.

Hat man reinen Sauerstoff zur Verfügung und führt man eine Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung innerhalb einer halben Stunde durch (normale Zeit), so kann man auf das Katalysatorröhrchen verzichten und den Gasregulator direkt an das U-Rohr

¹⁾ L. c.

schalten. Auf jeden Fall muß die ausreichende Reinheit des Sauerstoffes durch einen Blindversuch (Verbrennung ohne Substanz mit halbständigem Durchleiten von Sauerstoff) geprüft werden. Zulässige Gewichtszunahme für das Natronkalkrohr 0,02 mg, für das Chlorcalciumrohr 0,04 mg.

U-Rohr. Der die Kühlspirale verlassende Sauerstoff enthält nur mehr Kohlendioxyd und Wasser. Die Absorption derselben geschieht im U-Rohr (Abb. 7). Der an die Kühlspirale anschließende Schenkel ist mit Natronkalk, der zweite mit Chlorcalcium gefüllt. *Das U-Rohr und die Absorptionsapparate*

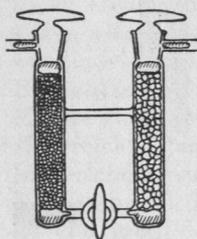


Abb. 7.

*müssen mit den gleichen Präparaten beschickt werden.*¹⁾ Die Füllungen werden oben und unten durch einen Wattebausch abgeschlossen. Um einen Feuchtigkeitsaustausch der beiden Präparate zu verhindern, sind die Schenkel des U-Rohres durch einen Glashahn getrennt, welcher geschlossen wird, sobald die Apparatur außer Betrieb kommt²⁾. Auch die oberen Öffnungen werden durch Glashähne verschlossen. Eine größere Bruchfestigkeit des Apparates wird durch den zwischen den Schenkeln eingeschmolzenen Glasstab erreicht. Die Hähne

werden mit reinem Vaselin schwach gefettet. Das U-Rohr muß vor der strahlenden Wärme des Ofens geschützt werden.

Der zweite Schenkel des U-Rohres schließt direkt an das Verbrennungsrohr an. Die Sauerstoffzufuhr erfolgt beim Verbrennungsrohr durch ein seitlich angesetztes bajonettförmiges Röhrchen, wie dies aus Abb. 4 ersichtlich ist. Diese Anordnung hat den Vorteil, daß die ganze Zuleitungsapparatur in fester Stellung verbleibt.

Die einzelnen Apparate der Zuleitungsapparatur und das Verbrennungsrohr schließen Glas an Glas aneinander und sind durch kurze Gummischläuche verbunden. Für die Verbindung des Gasometers mit dem Gasregulator dient ein einfacher Gummischlauch, bei Apparaturen ohne Katalysatorröhrchen ein entsprechend gebogenes Glasrohr.

Das Verbrennungsrohr. Das Verbrennungsrohr ist aus Supremaxglas hergestellt und von gleichen Ausmaßen, wie sie von Pregl für die Mikro-Elementaranalyse vorgeschrieben sind

¹⁾ Das Anfeuchten des Natronkalkes kann hier unterbleiben (s. S. 37).

²⁾ Die Trennung der Schenkel des U-Rohres durch einen Hahn wurde erstmalig von E. Sucharda und B. Bobranski angewendet (Halbmikromethoden zur automatischen Verbrennung organischer Substanzen usw. Braunschweig 1929).

(Normalgröße). Ungefähr 2 cm von der Mündung ist seitlich das Röhrrchen angesetzt (Abb. 8), durch welches der Sauerstoff zuströmt. Das Röhrrchen soll bis zu seiner Biegung ungefähr 8 bis 10 cm lang sein, damit die daran angeschlossene Zuleitungsapparatur etwas zurücktritt und für die Handhabungen Platz frei läßt. Die seitliche Zuleitung des Sauerstoffes ist sehr vorteilhaft, da beim Öffnen des Rohres Sauerstoff aus der Mündung austritt und das Eindringen der Laboratoriumsluft hindert.

Diese Einrichtung erwies sich bei der Apparatur für Mikro-Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmungen von E. Müller und H. Willenberg¹⁾, welche jede Schlauchverbindung vermeidet, als notwendig. C. Weygand²⁾ berichtet erstmalig über die Anwendung der seitlichen Sauerstoffzufuhr beim Verbrennungsrohr der Preglschen Apparatur.

Ein neues Verbrennungsrohr wird vorerst mit heißer Schwefelchromsäure³⁾ gereinigt, dann mit Wasser gut gewaschen und getrocknet.

Die einzige fixe Füllung, welche das Rohr erhält, ist der Preglsche Bremspfropf, durch welchen ein geringer Sauerstoffüberdruck geschaffen wird, was den quantitativen Verlauf des Verbrennungsprozesses begünstigt. Den bisher nach Vorschrift Pregls hergestellten großen Bremspfropf (wie er in der Abb. 8 wiedergegeben ist) haben wir in letzter Zeit aufgegeben, da es schwer gelingt, denselben so zu befestigen, daß er ständig, ohne sich zu lockern, den gleichen Widerstand leistet. Ein haltbarer Bremspfropf läßt sich dagegen leicht herstellen, wenn man denselben in das enge Ansatzröhrrchen des Verbrennungsrohres verlegt. Zu diesem Zwecke nimmt man einen langen Glasstab, welchen man in das Verbrennungsrohr einführt und dessen Stärke eben ausreicht, die innere Mündung des Ansatzröhrrchens abzuschließen. Dann führt man von außen ein längliches Bäschen Tressensilber ein (0,5 bis 1 cm) und preßt es mit einem passenden Glasstäbchen oder Hölzchen fest

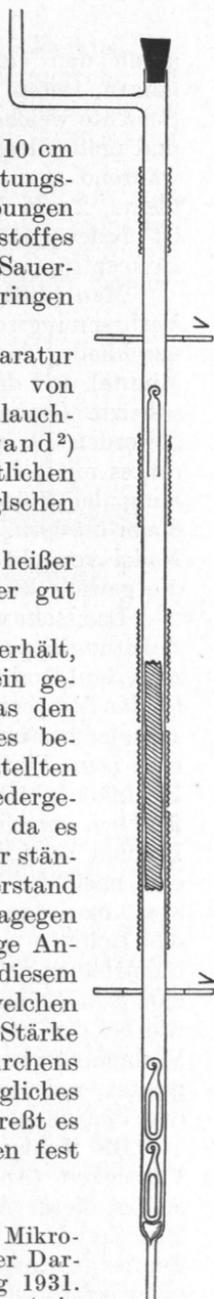


Abb. 8.

¹⁾ Journ. prakt. Chem. 99, 34 (1919).

²⁾ C. Weygand, Quantitative analytische Mikromethoden der organischen Chemie in vergleichender Darstellung. Akademische Verlagsgesellschaft, Leipzig 1931.

³⁾ Auflösung von gepulvertem Kaliumbichromat in konzentrierter Schwefelsäure.

gegen den eingelegten Glasstab, so daß es einen 2 bis 3 mm langen, festen Knäuel bildet. Nun führt man eine 10 mm lange Schichte weichen Asbest ein, welcher das Röhrchen eben ausfüllt und preßt diesen auf eine 2 bis 3 mm breite Schicht zusammen, während man den eingelegten Glasstab dagegen hält. Dieser kleine, 2 mm lange Bremspfropf hält von selbst sehr gut und ist bedeutend wirksamer als die früher verwendeten großen Bremspfropfe von 1 cm Schichtlänge.

Man prüft die Wirkung des Bremspfropfes, indem man das Verbrennungsrohr mit offener Mündung an die Zuleitungsapparatur anschließt, den Gasregulator auf 20 mm einstellt (4 cm pro Minute) und das Schnabelstück des Rohres in die auf 200 Grad geheizte Granate schiebt. Sobald dieser Teil des Rohres heiß geworden ist, verschließt man die Mündung des Verbrennungsrohres mit den Kautschuckstopfen und beobachtet nun die Senkung der Flüssigkeit im Gasregulator. Sie soll *höchstens 5 bis 8 mm betragen*. Ist sie wesentlich stärker, kratzt man mit einer Nadel vorsichtig etwas Asbest vom Bremspfropf weg, bis man die gewünschte Bremswirkung erreicht.

Das Rohr wird auf das Verbrennungsgestell gelegt und mit der Zuleitungsapparatur verbunden. Über das Rohr werden, wie Abb. 8 zeigt, fünf Drahtnetzrollen geschoben, wovon die ersten drei (je 5 cm) für den Langbrenner, die beiden letzten (je 3 cm) für den beweglichen Brenner bestimmt sind. Diese Unterteilung hat den Zweck, daß man beim Einführen und Herausnehmen der Schiffchen und des Platinkontaktsternes sich an jeder Stelle des Rohres bequemen Einblick verschaffen kann. Von den beiden für den beweglichen Brenner bestimmten Drahtnetzrollen befindet sich eine vor und eine nach der Stütze V des Verbrennungsgestelles; dadurch erspart man das Überheben der Rollen über die Stütze und kann das Rohr in seiner Lage belassen. Das Verbrennungsrohr wird unmittelbar neben dem bajonettförmigen Einleitungsröhrchen in eine Stativklemme gespannt. Das vordere Ende des Rohres liegt, wie bei der Preglschen Apparatur, in der Hohlgranate. Auf das Verbrennungsgestell wird ein Drahtnetzunnel von 18 cm Länge gesetzt, welcher die Hitze des Langbrenners reflektiert (Heizung des Platinkontaktes).

Die Hohlgranate. Die mit einer höher siedenden organischen Flüssigkeit (Anilin, Cymol, Dekalin usw.) gefüllte Hohlgranate ist bei dieser Apparatur entbehrlich. Bei den geringen Mengen Bleidioxyd, die in zwei Schiffchen vorgelegt werden, ist die völlige Temperaturkonstanz dieses Teiles des Verbrennungsrohres nicht mehr erforderlich. Die Hohlgranaten schließen niemals dicht und geben immer geringe Mengen Dämpfe ab, die im ganzen Raum

bemerkbar werden. Dies ist ein offensichtlicher Nachteil, da beim Einführen der Substanz in das Verbrennungsrohr die Zimmerluft nicht ganz ferngehalten werden kann; weiters nehmen die Schläuche solche Dämpfe auf und geben sie nach innen wieder ab (Verunreinigung des Sauerstoffes).

Hat man eine Hohlgranate zur Verfügung, so entfernt man den Kühler, reinigt das Innere durch Ausspülen mit organischen Lösungsmitteln und glüht schließlich die Granate etwas durch. Nach dem Abkühlen füllt man sie mit fein gepulvertem Kupferoxyd und steckt in das Rohr ein Thermometer, welches man entweder ebenfalls in Kupferoxyd einbettet oder mit etwas Asbest befestigt (s. Abb. 9).

Die Granate wird vor Gebrauch mit dem Bunsenbrenner auf zirka 200 Grad geheizt und dann durch die kleine Gasflamme auf dieser Temperatur gehalten. Die kleine Gasflamme reguliert man nur einmal ein; bei gleichbleibender Einstellung des Brenners ist auch die Temperaturkonstanz ausreichend. Das Flämmchen ist vor Zugluft zu schützen.

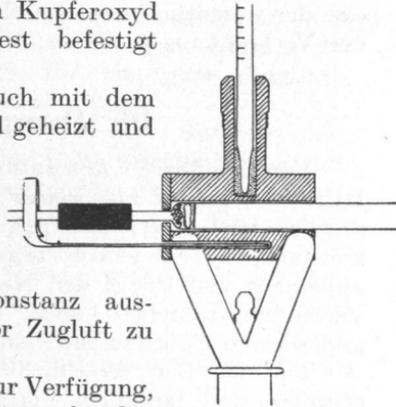


Abb. 9.

Hat man keine Hohlgranate zur Verfügung, kann man diese durch einen entsprechenden gebohrten Metallblock ersetzen. Außer der großen Bohrung, welche das Rohr aufnimmt, muß der Block auf der gegenüberliegenden Seite eine tieferliegende zweite Bohrung aufweisen, in welche der Heizbügel eingelegt wird (Abb. 9).

Neben der Hohlgranate wird eine größere, bis zum Heizbügel reichende Asbestscheibe aufgestellt, um die strahlende Wärme des Ofens von den Absorptionsapparaten abzuhalten. Ein kleines, in der Mitte durchlochtetes Asbestscheibchen wird auf das vorstehende Ansatzröhrchen des Verbrennungsrohres als Wärmeschutz für die Schlauchverbindungen gesteckt.

Bewegliche Rohrfüllung. Die Mikroschiffchen, welche zur Vorlage des Bleidioxydes dienen, sind aus Jenaer Gerätéglass, ungefähr 2 cm lang, müssen bequem in das Rohr passen und mit einem Haken versehen sein (s. Abb. 8).

Der Platinkontakt kann ein passender Stern von 10 cm Länge sein. Am einfachsten rollt man ein 10 cm langes und 5 cm breites Stück Platinblech zu einer Spirale zusammen, welche bequem in das Rohr paßt und den Querschnitt gleichmäßig aus-

füllt. An den beiden Enden soll der Platinkontakt durchlöchert sein, damit man ihn mit dem Platindraht bequem fassen kann. Der Platinkontakt kann auch aus mehreren Stücken bestehen, doch müssen diese eine Gesamtlänge von 10 cm erreichen.

Durch die Länge des Platinkontaktes von 10 cm ist im Verein mit der Gasgeschwindigkeit (4 ccm pro Minute) und dem Ausmaße des Rohres eine Berührungsdauer der Verbrennungsgase mit dem glühenden Platinkontakt von 60 bis 75 Sekunden gegeben. Dies bildet gemeinsam mit der Wirkung des Bremspropfes und der Verbrennungsmethode im Hartglasröhrchen eine der wesentlichsten Grundlagen für den quantitativen Verlauf des Verbrennungsprozesses.

Die Absorptionsapparate.

Verschließbare Absorptionsapparate wurden zuerst von Blumer¹⁾ gebaut und später von B. Flaschenträger²⁾ zweckdienlich verbessert. Die Apparate zeigen eine gute Gewichtskonstanz, haben jedoch gegenüber den offenen Absorptionsapparaten von Pregl den Nachteil, daß sie seitlich abstehende Verbindungsröhrchen haben, daher unbequemer zu handhaben und schwerer abzuwischen sind.

Für den Bau verschließbarer Absorptionsapparate war die erprobte und bewährte Form der Preglschen Apparate maßgebend. Es wurden zwei Modelle erprobt, welche stabförmig gebaut sind und beiderseits durch gleichartig konstruierte, drehbare Stopfen verschlossen werden können. Für die Praxis hat sich das hier wiedergegebene Modell am besten bewährt, da es die einfachste Konstruktion aufweist und auch in der Herstellung wesentlich billiger kommt. Die Glasstopfen haben nach Art der Absorptionsapparate nach Flaschenträger eine querlaufende Rille und werden nur unterhalb dieser gefettet. Das Schliffstück des Apparates hat eine kleine Ausbuchtung, welche bis in die Höhe der Stopfenbohrung reicht. Durch Drehung der Stopfenbohrung an diese Stelle wird der Apparat geöffnet. Die Ansatzröhrchen sind nahe dem Stopfen abgeflacht und können mit Hilfe eines ausgeschnittenen Holzplättchens (Abb. 11) an dieser Stelle angefaßt werden; dadurch wird das Öffnen und Schließen der Apparate erleichtert. Die Apparate werden durch die Firma Paul Haack in Wien jetzt so hergestellt, daß das Ansatzröhrchen sich im Inneren des Stopfens fortsetzt und an der Stopfenbohrung

¹⁾ B. 50, zitiert bei V. Dubsky, 1712 (1917).

²⁾ Ztschr. f. angew. Chem. 39, 720 (1926).