

Bleidioxyd, Natronkalk, Chlorcalcium.

Diese drei, bei der Mikro-Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung verwendeten Präparate müssen vor dem Gebrauch geprüft bzw. vorbehandelt werden.

Das Bleidioxyd wird nach Pregl einer Vorbehandlung unterzogen. Man verwendet die von der Firma E. Merck in Darmstadt, bzw. F. Kahlbaum in Berlin für analytische Zwecke gereinigten Präparate. Das Bleidioxyd wird in eine Abdampfschale gebracht, mit konzentrierter Salpetersäure übergossen und mindestens eine Stunde lang auf dem siedenden Wasserbade unter ständigem Umrühren mit einem Glasstabe erhitzt. Die konzentrierte Salpetersäure wird dann abgegossen und nun das Präparat durch wiederholtes Aufschwemmen in heißem, destillierten Wasser gereinigt. Das Digerieren mit heißem Wasser und Abgießen desselben muß mindestens 6- bis 8mal wiederholt werden, ehe die letzten Spuren Salpetersäure entfernt sind. Schließlich stellt man das Präparat in einen Trockenschrank und trocknet bei 200 Grad unter öfterem Umschaukeln mit einem Spatel ein bis zwei Stunden lang. Bei dieser Gelegenheit zerdrückt man die kleinen Knollen, um ein feinpulvriges Präparat zu erhalten. Man läßt in einen Exsikkator abkühlen und füllt dann das Präparat in ein Pulverglas ab. Zweckmäßig wird dieses in einem Exsikkator aufbewahrt.

Das Chlorcalcium und der Natronkalk werden von der Firma E. Merck in Darmstadt unter der Bezeichnung „hirsekorngroß für Mikroanalyse nach Pregl“ geliefert.

Vom Natronkalk gibt man die für die Füllung des Absorptionsapparates erforderliche Menge auf ein Sieb, trennt den pulverigen Anteil ab und streut den körnigen Teil auf ein Blatt feuchtes Zeitungspapier. Man verteilt das Präparat, wälzt es ein wenig hin und her bis einzelne Körner bereits aneinander zu kleben beginnen. Dann überleert man den Natronkalk in den Absorptionsapparat. Durch das Anfeuchten des Natronkalkes wird die Aufnahmefähigkeit für Kohlendioxyd in keiner Weise erhöht; das Befeuchten hat lediglich den Zweck, die Absorption vom Wasser aus dem durchziehenden Sauerstoffstrom durch den Natronkalk zu verhindern, da sonst fälschliche Gewichtszunahmen entstehen. Verwendet man an Stelle des Chlorcalciumrohres ein Absorptionsrohr mit Phosphorpentoxyd, welches den Gasstrom vollkommen trocknet, so kann auch trockener Natronkalk angewendet werden. Daraus ergibt sich ferner, daß für die Füllung des U-Rohres der Natronkalk nicht angefeuchtet werden braucht.

Das von der Firma Merk in den Handel gebrachte Chlorcalcium für Mikroanalyse nach Pregl ist geschmolzenes Chlorcalcium in Hirsekorngröße und entspricht vollkommen den Anforderungen. Beim Erhitzen einer Probe im Reagenzglas ergibt sich ein eben merkbarer Beschlag von Wasser.

Ein zweckentsprechendes Präparat kann man sich nach einer Vorschrift von C. Weygand¹⁾ selbst herstellen. Man nimmt *schaumiges Chlorcalcium* und zerdrückt es in kleineren Portionen in einer Reibschale. Das hirsekorngroße Material wird durch Absieben vom Staub getrennt und in einem kurzhalsigen Kolben gesammelt. Dann verschließt man den Kolben mit einem Gummistopfen, durch dessen Bohrung ein rechtwinkelig gebogenes Glasrohr führt, saugt ein Vakuum an und erhitzt den Kolben unter ständigem Schütteln über der halbentleuchteten Bunsenflamme. Man unterbricht zeitweise das Vakuum, um das im Kolbenhals angesammelte Kondenswasser mit einem Tuche zu entfernen. Sobald das weitere Erhitzen nur mehr eine geringfügige Wasserabscheidung ergibt, ist das Trocknen des Präparates beendet. Man füllt von dem Präparate Reagensgläser zu Zweidrittel voll und schmilzt dieselben zu. Ein so gefülltes Reagenzglas reicht gerade für die einmalige Beschickung des U-Rohres und der Absorptionsapparate. Nach unseren Erfahrungen sind die so hergestellten Präparate sehr verlässlich.

Ascarite und Phosphorpentoxyd als Absorptionsmittel.

In den letzten Jahren wurde ein neues Präparat zur Absorption von Kohlendioxyd eingeführt, welches unter den Namen Ascarite von der Firma Arthur H. Thomas Company, Laboratory Apparatus and Reagents, Philadelphia, West Washington Square U. S. A., in den Handel gebracht wird. Ein ähnliches Präparat stellt die Firma E. Merck in Darmstadt unter dem Namen „Natronasbest“ her.

Der Ascarite bzw. Natronasbest hat den Vorzug, daß er die 5- bis 10fache Menge mehr an Kohlensäure aufzunehmen imstande ist als der Natronkalk. Er hat den Nachteil, daß er bei der Absorption von CO_2 aufquillt und gelegentlich den Gasdurchgang verstopft. Ferner muß er, da er mechanisch aus dem Absorptionsapparat nicht entfernt werden kann, herausgelöst werden. Da diese Präparate eine sehr geringe Dampfspannung besitzen, muß das verwendete Chlorcalcium vollkommen wasserfrei sein oder man ersetzt es durch Phosphorpentoxyd. Versuche, Ascarite und

¹⁾ L. c.

Phosphorpentoxyd (auf Goochtiegelasbest verteilt) als Absorptionsmittel für Kohlensäure und Wasser zu verwenden, wurden durch einige Monate hindurch ausgeführt. Die Ergebnisse waren zufriedenstellend, doch wurden gelegentlich, mitten in einer Reihe aufeinanderfolgender Bestimmungen zu hohe Wasserstoffwerte gefunden, ohne daß diese aufgeklärt werden konnten. Infolge dieser Unsicherheit bei der Bestimmung des Wasserstoffwertes wurde von dieser Füllung wieder abgegangen. Der Vorteil der Ascaritefüllung ist nicht so groß, wie er auf den ersten Blick hin scheint. Das Natronkalkrohr verträgt eine Aufnahme bis zu 180 mg Kohlendioxyd; geht man aus Sicherheitsgründen nur bis zu einer Gewichtszunahme von 100 mg, so kann man bei Substanzeinwaagen von 3 bis 4 mg rund 10 bis 15 Verbrennungen mit einer Füllung durchführen. Das Auswechseln des Natronkalkes beansprucht 2 bis 3 Minuten Zeit. Die Verlässlichkeit der Natronkalk- und Chlorcalciumfüllung ist sowohl durch die Untersuchungen Pregls als auch durch eine mehr als 10jährige Erfahrung in den verschiedenen mikroanalytischen Laboratorien erwiesen.

Gebrauch der Mariotteschen Flasche.

Die Mariottesche Flasche (s. S. 199) ist für die vereinfachte Apparatur der Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung nicht erforderlich, da die Absorptionsapparate dem Gasstrom keinen Widerstand leisten. In der organischen Mikroanalyse ist sie jedoch unentbehrlich, da sie zur Prüfung von Gasgeschwindigkeiten gebraucht wird. Es empfiehlt sich, in größeren Zeitabständen die Mariottesche Flasche für einige Minuten an den Schnabel des Verbrennungsrohres zu schalten, um sich vom richtigen Funktionieren des Gasregulators zu überzeugen.

Die Einwaage der Substanz.

Feste Körper und hochsiedende Flüssigkeiten. Die Einwaage der Substanz erfolgt in kleinen, einseitig geschlossenen Röhren aus Supremaxglas. Die Röhren sind 4 cm lang (ohne Haken), haben eine Wandstärke von rund 0,6 mm und einen äußeren Durchmesser von 6 bis 7 mm (s. Abb. 13). Wesentlich ist, daß das geschlossene Ende so flach wie möglich gehalten ist. Am geschlossenen Ende ist ein Haken angesetzt. Um es bequem fassen und legen zu können, ist um das Röhren ein Aluminiumdraht mit vorstehenden, abgebogenen Enden gewickelt.



Abb. 13.