

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.

In letzter Zeit werden diese Röhrrchen von der Firma Paul Haack in Wien mit einer kleinen Klemme aus Nickelblech geliefert, und zwar so, daß für jedes Röhrrchen samt Fassung ein 2 g-Gewicht als Tara verwendet werden kann.

Die Substanzröhrrchen werden zur Reinigung außen und innen gründlich mit reinem Rehlleder abgewischt. Im allgemeinen können sie nach einer Verbrennung, sobald sie abgekühlt sind (20 Minuten), ohne weitere Zwischenreinigung wieder verwendet werden. Bei starken Verunreinigungen erhitzt man sie in einem Reagensglas mit Schwefelchromsäure auf dem Wasserbade oder man legt sie in ein altes oder gebrochenes Verbrunnungsrohr, welches in eine Klemme gespannt wird und glüht sie einmal durch.

Die Röhrrchen werden entweder mit der Pinzette oder mit der Kornzange am Aluminiumdraht bzw. Nickelblech angefaßt. Das Einfüllen der Substanz auf den Boden des Röhrrchens führt man entweder mit dem Mikro-Spatel durch, wobei man achtet, nicht an die Wandung zu streifen, oder man bedient sich der zu den Röhrrchen gehörigen kleinen Einfülltrichter, welche auf der Mündung aufsitzen und etwas kürzer sind als das Röhrrchen; man kann damit bequem die Substanz einfüllen, ohne die Wände zu benetzen, was für die Verbrennung von Vorteil ist. Bei Benutzung des Einfülltrichters klemmt man das Röhrrchen zweckmäßig senkrecht stehend in die auf dem Schreibheft liegende Kornzange. Für hygroskopische Substanzen verwendet man Röhrrchen mit eingeschliffenem Stöpsel. Die Schliffstücke der Röhrrchen halten das wiederholte Erhitzen ohneweiters aus.

Hochsiedende Flüssigkeiten bringt man mit Hilfe einer Kapillare auf den Boden des Verbrennungsröhrrchens.

Die Einwaage der Substanz soll 3 bis 4 mg betragen. Bei kohlenstoffreicheren Substanzen nimmt man kleinere Einwaagen (rund 2 mg), bei Substanzen mit sehr geringem Kohlenstoffgehalt größere Einwaagen (5 mg eventuell etwas darüber). Kleinere Einwaagen als 2 mg sind wegen der Wägefehler nicht ratsam.

Bei Analysen von Salzen der Alkalien und Erdalkalien fügt man nach beendeter Einwaage eine Messerspitze Kaliumbichromat (reinst, trocken, feinpulverig) zu und durchmischt mit einem Platindraht, den man im Röhrrchen beläßt. Das Bichromat verhindert die Bildung von Carbonat im Rückstand. Schwer zersetzliche oder explosive Substanzen mischt man in gleicher Weise mit feingepulvertem, trockenem Kupferoxyd.

Die Wägung des Röhrrchens mit und ohne Substanz wird nur mit dem Reiter genauestens ausgeführt. Man vermeidet das An-

greifen der Röhrechen mit den Händen, desgleichen das Verweilen der Hand in der Waage; am besten verwendet man die Kornzange. Die Ausführung der beiden Wägungen, Röhrechen allein und Röhrechen mit Substanz, kann innerhalb von 5 Minuten beendet sein.

Nach der Wägung legt man das Röhrechen auf einen Kupferblock und stellt es in den Exsikkator. Der in der Mikroanalyse verwendete Exsikkator mit Kupferblock ist in Abb. 14 wieder gegeben.

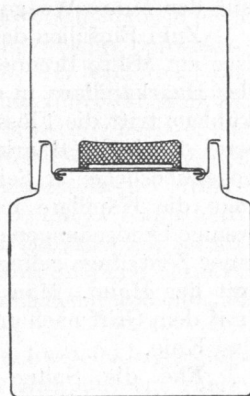


Abb. 14.

Flüssigkeiten. Die Einwaage von Flüssigkeiten für alle Verbrennungsanalysen geschieht nach der Vorschrift Pregls in Kapillaren. Man bedient sich hiezu einer Kapillare von ungefähr 1 mm Lumen, welche man sich durch Ausziehen einer nicht zu dünnwandigen Glasröhre (am besten gebrauchte Mikrobombenröhren) herstellt. Eine solche Kapillare von 8 bis 10 cm Länge hält man in der Mitte über das kleine Flämmchen eines Mikrobrenners und läßt das Glas zusammenfallen, bis sich ein massives Kügelchen gebildet hat. Dann zieht man dasselbe zu einem dünnen Faden von 2 bis 4 cm Länge aus (s. Abb. 15). Nach dem Erkalten bricht man den massiven Faden in der Mitte auseinander

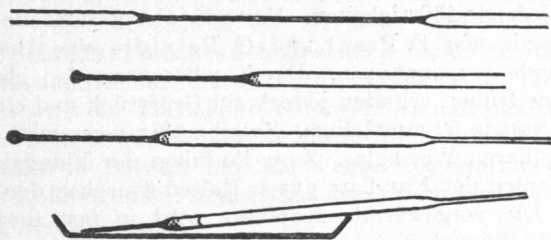


Abb. 15.

und rundet die beiden Enden in der Flamme ab. Dieser Glasfaden ist als Griff gedacht. In das Lumen der Kapillare gibt man ein Kriställchen Kaliumchlorat (bei schwer verbrennlichen Substanzen etwas mehr) und fixiert dasselbe am Boden durch vorsichtiges Anschmelzen. Bei Halogen-Bestimmungen nimmt man an Stelle von Kaliumchlorat Ammonitrat. Die Kapillare hält

man nun ungefähr 15 mm vom abgeschlossenen Ende in die Mikro-Flamme, läßt sie erweichen und zieht sie dann rasch aus, während man gleichzeitig aus der Flamme geht. Die so entstandene *Haarkapillare* soll eine Länge von ungefähr 1 cm haben, der übrige Teil wird abgebrochen. Die Kapillare wird dann auf der Mikro-Waage genauestens gewogen.

Zum Einfüllen der Flüssigkeit wird der Hohlraum der Kapillare am Mikro-Brenner vorsichtig erhitzt, dann sofort die Spitze der Haarkapillare in die Flüssigkeit getaucht. Während des Abkühlens tritt die Flüssigkeit in die Kapillare ein. Das Tröpfchen wird durch die Haarkapillare festgehalten und muß erst auf die gegenüberliegende Seite geschleudert werden. Am besten legt man die Kapillare in eine Handzentrifuge, mit welcher durch wenige Umdrehungen dieser Zweck erreicht wird. In Ermangelung einer Zentrifuge gelingt dies auch durch eine Schleuderbewegung mit der Hand. Man nimmt die Kapillare zwischen die Finger (mit dem Griff nach unten) und schlägt rasch mit der Hand gegen das Knie.

Ehe die Spitze der Haarkapillare zugeschmolzen wird, müssen die Flüssigkeitsspuren, welche an der Wandung des Hohlraumes bzw. in der Haarkapillare haften, entfernt werden. Man zieht den oberen Teil der Kapillare und die Haarkapillare einigemal durch die Flamme, läßt die Reste der Flüssigkeit verdampfen und schmilzt anschließend die Spitze der Haarkapillare zu. Die Kapillare wird nun zum zweitenmal gewogen. Das Vorbereiten der Kapillare, Einfüllen der Flüssigkeit und Abschließen der Kapillare ist nicht schwierig und kann rasch erlernt werden.

Tiefsiedende Flüssigkeiten. Für sehr nieder siedende Flüssigkeiten wurde von F. Pregl und G. Petridis eine Abänderung der Methode vorgenommen. Die Kapillaren werden gleich hergestellt wie früher, erhalten jedoch ein Griffstück und eine Haarkapillare von je 50 mm Länge. Zweckmäßig verwendet man für diese Kapillaren Weichglas. Zum Einfüllen der Flüssigkeit wird das Erwärmen der Kapillare durch Halten zwischen den Fingern besorgt. Die vorgewärmte Kapillare wird in fast horizontaler Lage in die Flüssigkeit getaucht, dann durch Berühren mit einem gekühlten Uhrglas (Kältemischung) abgekühlt. Auch während des Abzentrifugierens muß die Kapillare gekühlt werden. Sie wird rasch zugeschmolzen und nach dem Wägen in geschlossenem Zustand in das Verbrennungsrohr gebracht.

Über eine weitere Art der Kapillarenfüllung siehe S. 185.