

Berechnung:

log. Faktor für C = 43573

log. „ „ „ H = 04884

log. % C = log. (Faktor) + log. (gefundenes CO₂) + (1 — log. Einwaage).

log. % H = log. (Faktor) + log. (gefundenes H₂O) + (1 — log. Einwaage).

Abschluß der Verbrennungen.

Zum Abschluß der Verbrennungen geht man folgendermaßen vor: Zuerst verschließt man den Schnabel des Verbrennungsrohres mit einem gut passenden Schlauchstück, welches an der einen Seite abgeklemmt oder durch einen Glasstab verstopft ist. Dann dreht man die Flamme unter der Granate, den Langbrenner und die elektrische Heizung des Katalysatorröhrchens ab. Es empfiehlt sich, während des Abkühlens der Apparatur diese unter dem Druck des Sauerstoffes zu belassen. Zum Schluß verschließt man die Hähne am U-Rohr. *Den Hahn des Sauerstoffgasometers läßt man offen, damit während des langsamen Abkühlens des Katalysatorröhrchens Gas nachströmen kann.* Wird eine Apparatur für längere Zeit nicht benützt, so löst man die Schlauchverbindung vom Gasometer und schließt diesen.

Der Blindversuch.

Vom fehlerfreien Funktionieren der Apparatur überzeugt man sich durch einen Blindversuch, vor allem dann, wenn eine Apparatur neu aufgestellt wurde oder eine Apparatur ohne Anwendung des Katalysatorröhrchens verwendet wird. Die Durchführung des Versuches erfolgt vollkommen analog einer Verbrennung, das Rohr wird vorher durchgeglüht, lediglich das Einführen des Substanzröhrchens unterbleibt. Die Gesamtdauer des Blindversuches muß mindestens 30 Minuten betragen. Die zulässige Gewichtszunahme für das Natronkalkrohr darf bis zu 0,02, die des Chlorcalciumrohres bis zu 0,04 mg betragen.

Ermittlung von Fehlerquellen.

Zeigt ein Blindversuch von halbstündiger Dauer zu große Gewichtszunahmen der Absorptionsapparate, so schließt man einen zweiten Blindversuch in der Dauer von 10 Minuten an und vergleicht die beiden Resultate. Aus diesem Versuchsergebnis können zwei Folgerungen gezogen werden:

1. Sind die Gewichtszunahmen in beiden Blindversuchen annähernd die gleichen, so ist der Fehler durch die Schlauchverbindungsstücke der Absorptionsapparate bedingt. In solchen Fällen ist die Zunahme des Chlorcalciumrohres, dessen vorderes Ansatzröhrchen erhitzt wird, wesentlich größer als die des Natronkalkrohres. Über Verbindungsschläuche s. S. 36.

2. Stehen die Gewichtszunahmen ungefähr im gleichen Verhältnis wie die Zeitdauer der Blindversuche, so kann der Fehler entweder in der Apparatur oder in den Absorptionsmitteln liegen. Auch hier läßt sich aus der Gewichtszunahme der Apparate schließen, welche der beiden Möglichkeiten in Betracht kommt. Sind organische Verunreinigungen des Sauerstoffes vorhanden, so muß die Zunahme des Natronkalkrohres wesentlich höher sein als die des Chlorcalciumrohres; eine Gewichtszunahme muß jedoch bei beiden Apparaten eintreten. Nimmt das Chlorcalciumrohr stärker zu als das Natronkalkrohr oder das Chlorcalciumrohr bleibt gewichtskonstant (eventuell Gewichtsverminderung) und nur das Natronkalkrohr nimmt an Gewicht zu, so liegt der Fehler in den Absorptionsmitteln.

Organische Verunreinigungen des Sauerstoffes.

Organische Verunreinigungen des Sauerstoffes müssen in Betracht gezogen werden, sind jedoch sehr selten. Eher ist es möglich, daß der Sauerstoff beim Füllen des Gasometers verunreinigt wird, entweder durch das Schmiermittel eines Reduzierventiles oder durch einen mangelhaften Schlauch. Man entnimmt daher den Sauerstoff direkt aus der Stahlflasche ohne Reduzierventil und verwendet zum Überleiten einen alten Kühlerschlauch.

Organische Verunreinigungen des Sauerstoffes werden durch das Katalysatorröhrchen beseitigt. In der Regel wird man jedoch auf das Katalysatorröhrchen verzichten können. Bei Apparaturen ohne Katalysatorröhrchen ersetzt man den Verbindungsschlauch vom Gasometer zum Gasregulator durch eine Glasröhre.

Eine weitere Verunreinigung des Sauerstoffes kann unter Umständen durch die Zuleitungsapparatur oder das Verbrennungsrohr erfolgen.

Fehler in der Zuleitungsapparatur können nur entstehen, wenn irgendwie Schmutz oder organisches Material in das Katalysatorröhrchen gelangt. Dieses kann nur geringe Verunreinigungen des Sauerstoffes vollkommen verbrennen, während irgend welches organisches Material nur allmählich zersetzt wird und die Gase in das Verbrennungsrohr weitergehen. So kann es

z. B. vorkommen, daß durch falsche **Handhabung** nach Abschluß der Verbrennungen das Paraffin **liquid.** aus dem Druckregler in das Katalysatorröhrchen gesaugt wird. Bei dieser oder irgendwie immer gearteten Verunreinigung des Katalysatorröhrchens durch organische Substanz muß es samt Kühlspirale unter schwachem Durchsaugen von Luft (Wasserstrahlpumpe) über einer kräftigen Bunsenflamme mit blauem Kegel Stück für Stück gründlich ausgeglüht werden. In solchen Fällen muß auch das U-Rohr tadellos gereinigt und frisch beschickt werden.

Fehlresultate durch das Verbrennungsrohr können durch Unterlassung der Reinigung der Rohrmündung nach dem Herausziehen des Gummistopfens hervorgerufen werden oder auch dadurch, daß beim Ausglühen des Rohres der Bunsenbrenner zu lange in der Nähe der Mündung belassen und der Gummistopfen zu stark erhitzt wurde. Andere Ursachen sind, wenn das Rohr vor dem ersten Gebrauch einmal der ganzen Länge nach gründlich durchgeglüht wurde, nicht möglich.

Fehler durch Absorptionsmittel.

Fehlresultate durch die angewendeten Absorptionsmittel sind nach den durch die Schlauchverbindungsstücke hervorgerufenen Störungen die häufigsten. Sie können experimentell nachgewiesen werden, wenn die gewogenen Absorptionsapparate direkt an das U-Rohr angeschlossen werden und nach halbstündigem Durchleiten von Sauerstoff wieder gereinigt und gewogen werden.

Die Ursache solcher Erscheinungen liegt im verschiedenen Wirkungswert des Chlorcalciumpräparates im U-Rohr und in dem Absorptionsapparat. Bei frischbeschickten Apparaturen kommen daher solche Fehler nicht in Frage. Bei fortlaufender Verwendung der Apparatur kann sich jedoch die ursprüngliche Gleichwertigkeit der beiden Chlorcalciumfüllungen verschieben. Werden z. B. auf einer Apparatur lange Zeit hindurch nur Blindversuche ausgeführt, so muß es schließlich zu einer Gewichtszunahme des Chlorcalciumabsorptionsapparates kommen, da das Chlorcalcium im U-Rohr ständig Wasser aufnimmt (durchschnittlich 1 bis 2 mg pro Stunde), während das Chlorcalcium im Absorptionsapparat seinen ursprünglichen Wirkungswert beibehält.

Umgekehrt kann es vorkommen, daß nach vielen Analysen das Chlorcalcium im ersten Absorptionsapparat teilweise erschöpft ist, somit an den durchziehenden Gasstrom Wasser abgibt, welches im Natronkalkrohr wieder zur Absorption gelangt. In solchen Fällen bewirkt dann das Chlorcalcium Gewichtszunahmen des Natronkalkrohres.

Es ergeben sich für den Blindversuch folgende Möglichkeiten: 1. Chlorcalciumrohr starke Gewichtszunahme, Natronkalkrohr gewichtskonstant; Ursache: Fehler im Schlauchverbindungsstück oder minderwertiges Chlorcalcium im U-Rohr. 2. Chlorcalciumrohr gewichtskonstant, Natronkalkrohr Gewichtszunahme; Ursache: Natronkalk zu trocken. 3. Chlorcalciumrohr Gewichtsabnahme, Natronkalkrohr Gewichtszunahme; Ursache: Chlorcalciumrohr mit Wasser bereits gesättigt oder mangelhaftes Ausspülen des Kohlendioxydes nach der Frischbeschickung dieses Rohres. 4. Gewichtsabnahme beider Absorptionsapparate; Ursache: Unbrauchbar gewordene Chlorcalciumschichte in beiden Rohren. 5. Chlorcalciumrohr gewichtskonstant, Natronkalkrohr Gewichtsabnahme; erreichte Sättigung der Chlorcalciumschichte im Natronkalkrohr.

Die gesamten Fehler durch Absorptionsmitteln lassen sich vermeiden, wenn folgende Punkte beachtet werden:

1. Prüfung bzw. Darstellung des Chlorcalciumpräparates und des Natronkalkes wie S. 37 beschrieben.

2. Nach einer Gewichtszunahme des Chlorcalciumapparates von 60 bis 70 mg werden die beiden Absorptionsapparate und das U-Rohr frisch beschickt. Eine Neufüllung der Apparate ist auch dann zu empfehlen, wenn nach einer Reihe von Analysen die Apparate monatelang nicht benützt wurden.

3. Das U-Rohr ist vor strahlender Wärme seitens des Verbrennungsofens, des Katalysatorröhrchens oder einer analogen Vorrichtung zu schützen.

Kurzer Überblick über die Ausführung der Bestimmung.

1. Beschickung des Verbrennungsrohres entweder mit Platinkontakt allein oder mit Platinkontakt und Bleidioxydschiffchen.

2. Öffnen des U-Rohres, Einstellen des Gasstromes, Anheizen des Katalysatorröhrchens, des Langbrenners und der Granate. Reinigung des Bleidioxydes.

3. Anschließen der Absorptionsapparate, Sauerstoffdurchleiten, Verschließen der Absorptionsapparate und Reinigung derselben.

4. Substanzeinwaage, Wägung der Absorptionsapparate, in der Zwischenzeit Ausglühen des leeren Teiles des Verbrennungsrohres mit dem Bunsenbrenner.

5. Anschalten der gewogenen Absorptionsapparate, Heizbügel auflegen, Gaskontrolle.

6. Rohrmündung öffnen, mit Rehleder reinigen, Substanzröhrchen einführen, Verbrennungsrohr wieder verschließen.