

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.

7. Durchführung der Verbrennung im Substanzröhrchen, anschließend innerhalb 8 bis 10 Minuten das Rohr ausglühen.
8. Absorptionsapparate abnehmen, reinigen und wägen.

Verzeichnis der Apparate und Gebrauchsgegenstände für die vereinfachte Mikro-Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung.

Die Verbrennungsapparatur besteht aus: 1 Gasometer, 1 Gasregulator (1 Katalysatorröhrchen), 1 U-Rohr, 1 Verbrennungsrohr, 1 Verbrennungsgestell, 1 Granate, 1 Platinkontakt, 2 Glasschiffchen, 2 Substanzröhrchen, 5 Drahtnetzrollen, 1 Drahtnetzunnel, 1 Langbrenner, 1 Bunsenbrenner, 2 Absorptionsapparate, 2 Mikrostativ.

Auf dem Tisch neben der Verbrennungsapparatur befinden sich: 1 Glasstab mit eingeschmolzenem Platindraht, Bleidioxid, 1 Rehlederlappen mit eingelegtem Stiel zum Auswischen der Mündung des Verbrennungsrohres, 1 alte Pinzette oder Tiegelflange zum Anfassen der Drahtnetzrollen, 1 kurze Drahtnetzrolle zum Erhitzen der Bleidioxidschiffchen, 1 Fläschchen Glycerin, dazu 1 aufgerauhter Draht, Watte, 2 Schlauchverbindungsstücke, 1 Messingdrahtknoten.

Auf dem Wägetisch befinden sich: 1 zugedeckte Glasschale mit reingewaschenen Rehlederlappen, 1 Drahtgestell zum Auflegen der Absorptionsapparate, 1 Glas mit langfaseriger Watte, 2 aufgerauhte Drähte, die Kornzange, die Pinzette, das Schreibheft und ein Block zum Aufschreiben der Ablesungen. Sehr praktisch ist für diesen Zweck ein Schreibblock mit verlöschbarer Schrift. Im Waagegehäuse befinden sich nur die Taragefäße und Gewichte.

Erfahrungen aus der Praxis.

Nach welcher Methode die Mikro-Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung durchgeführt werden soll, hängt von dem Ausmaße ab, in welchem sie angewandt wird. Für Laboratorien, welche Tag für Tag die Apparaturen in Betrieb setzen, kann die ursprüngliche Methode F. Pregls ohne weiteres mit sehr gutem Erfolge angewendet werden. In der heißen Jahreszeit wird man sich für die Verwendung verschließbarer Absorptionsapparate entscheiden. Bei ständiger Verwendung der Preglschen Apparatur wird es sich sehr empfehlen, den elektrischen Verbrennungssofen nach Heraeus-Flaschenträger¹⁾ zu verwenden.

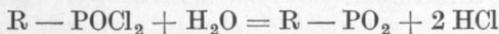
¹⁾ B. Flaschenträger, Mikrochemie IX, 15 (1931).

Für alle Laboratorien aber, in welchen nur zeitweise Mikro-Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmungen durchgeführt werden, dürfte die vorangehend beschriebene vereinfachte Apparatur am Platze sein. Sie ist ständig betriebsfähig, zeigt selten zu hohe Blindwerte und wenn, so können diese auch von weniger Erfahrenen rasch beseitigt werden, da der ganze Aufbau der Apparatur eine Reihe von Fehlermöglichkeiten, wie sie bei der Preglschen Apparatur gelegentlich vorkommen¹⁾, von vornherein ausschließt. Seit zwei Jahren haben eine Reihe von Praktikanten nach dieser Methode gearbeitet und schon nach der zweiten oder dritten Analyse fortlaufend richtige Resultate erhalten. Besonders sei hervorgehoben, daß unter diesen Praktikanten mehrere Herren waren die überhaupt noch nie eine quantitative Verbrennungsanalyse durchgeführt hatten. Durch die Einführung der Verbrennungsröhrchen wurde der größte Nachteil dieser Methode (Fehlresultate durch unvollkommene, zu rasche Verbrennung schwer zersetzlicher Substanzen) nicht nur behoben, im Gegenteil, die Anwendung der Verbrennungsröhrchen hat sich als eine verlässlichere Methode erwiesen als die Verbrennung im Schiffchen mit einer Kupferoxyd-Bleichromat-Rohrfüllung.

Es ist wahrscheinlich ohne Belang, ob die Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung mit der vorangehend beschriebenen Apparatur ausgeführt wird, oder ob man in einzelnen Teilen eine Abänderung trifft; z. B. an Stelle des Gasregulators den Preglschen Druckregler und Blasenähler beibehält oder mit den verschließbaren Absorptionsapparaten von Blumer-Flaschenträger arbeitet. Von der beweglichen Rohrfüllung jedoch wird man im Interesse verlässlicher Analysen von stickstoff-, halogen- und schwefelhaltigen Stoffen nicht abkommen können.

Maßanalytische Bestimmung des Kohlenstoffes und Wasserstoffes nach J. Lindner.²⁾

J. Lindner hat eine Methode geschaffen, welche die maßanalytische Bestimmung sowohl des bei der Verbrennung entstehenden Wassers als auch des Kohlendioxydes ermöglicht. Die Bestimmung des Wassers geschieht mit Hilfe von Naphtyloxychlorphosphin, welches sich mit Wasser nach der Gleichung



¹⁾ Siehe auch M. Boetius, Über die Fehlerquellen bei der mikroanalytischen Bestimmung des Kohlenstoffes und Wasserstoffes nach der Methode von Fritz Pregl. Verlag Chemie, Berlin 1931.

²⁾ Ztschr. f. analyt. Chem. 66, 305 (1925).