

oxyd enthält, kann durch Ausglühen im Kohlensäurestrom ein für allemal von der eingeschlossenen Luft befreit werden. Das feinkörnige Kupferoxyd, welches die *bewegliche Füllung* bildet, kann keinen Fehler bedingen. Diese von B. Flaschenträger<sup>1)</sup> getroffene Abänderung der Preglschen Rohrfüllung wurde hier wiedergegeben.

### Das Verbindungsstück.

Das Verbindungsstück, ein mit einem Hahn versehenes, gebogenes Glasrohr ist, so beschaffen, daß es Verbrennungsrohr und Azotometer verbindet und beiderseitig Glas an Glas anschließt. Der Hahn des Verbindungsstückes besitzt Feineinstellung (angefeilte Bohrung). Zur leichteren Einstellung des Hahnes ist der Griff desselben wesentlich verlängert. Die Hahnspindel wird schwach mit Vaseline gefettet; die eingefeilte Rille und Bohrung läßt man fettfrei.

Das Verbindungsstück wurde zu der in Abb. 16 wiedergegebenen Form ausgebaut. Es besitzt ein Schliffstück, dessen Hohlraum mit Watte ausgefüllt und das nachher mit Krönigschem Glaskitt zugekittet wird. Der Vorteil dieser Abänderung ist folgender: Durch den Schliff sind zwei für sich getrennte Teile geschaffen, von welchen beide Rohrteile so gewählt werden können, daß sie an die Anschlußstücke (Azotometerrohr, Verbrennungsrohr) genau passen, ohne verjüngt werden zu müssen. Durch die Füllung des Stopfens mit Watte wird ein Übergehen von Wasser oder Kupferoxydstaub verhindert; die einmalig mit dem Hahn eingestellte Gasgeschwindigkeit kann daher keine Störung erleiden.

### Das Mikro-Azotometer.

Das Mikro-Azotometer ist in Abb. 16 wiedergegeben. Der Meßbereich beträgt 1,2 bis 1,5 ccm, die Einheit der Skalenteilung entspricht 0,01 ccm. Die Länge der Meßröhre beträgt 12 bis 15 cm, so daß auf die Skaleneinheit (0,01 ccm) ungefähr 1 mm Länge kommt. Die Schätzung von Tausendstel-Kubikzentimeter ist mit Hilfe der zu jedem Azotometer gehörenden Ableselupe sehr leicht. Der Nullpunkt der Teilung liegt am Hahn, die erste darunterliegende Strichmarke ist 0,05 ccm. An dem an den Meßbereich anschließenden erweiterten Teil sind zwei Röhren angesetzt, von welchen die obere, kürzere für den Schlauch zur Birne, die untere schrägliegende Röhre zur Verbindung mit dem Zwischenstück dient. Das Mikro-Azotometer steht in einem Holz-

<sup>1)</sup> Ztschr. f. angew. Chem. 39, 717 (1926).

oder Metallfuß und hat unter dem Trichter eine angeschraubte Metallgabel, in welche die Birne eingehängt werden kann.

**Beschickung.** Das Azotometer wird durch Ausspülen mit Schwefelchromsäure und Wasser gereinigt. Das Schlauchstück, welches das Azotometer mit der Birne verbindet, soll so lang sein, daß die hochgehobene Birne noch über den Trichter reicht. Es wird vor dem ersten Gebrauch zweckmäßig mit 50%iger Kalilauge gefüllt und einige Zeit stehen gelassen, um die Imprägnierung des Schlauches abzulösen. Das Nachwaschen des Schlauches mit Wasser ist unzulässig. An den Verbindungsstellen (Azotometer, Birne) bringt man zweckmäßig Ligaturen an.

Die Hahnspindel des Azotometers wird mit möglichst wenig Vaseline gefettet, jedoch immerhin mit so viel, daß sich nach dem Einsetzen derselben keine fettfreien Rillen zeigen. Der Schliff der Hahnspindel ist gelegentlich zu kontrollieren. Man entfernt vollkommen das Fett und beobachtet, ob die getrocknete Hahnspindel an allen Stellen gleichmäßig matt ist. Zeigt sich irgendwo ein glänzender Fleck, muß sie neu eingeschliffen werden.

Zur Füllung des Azotometers läßt man zuerst durch die Birne Quecksilber zufließen, und zwar so viel, daß der Meniskus 0,5 cm über das untere Einleitungsröhrchen zu liegen kommt. Das Einleitungsrohr des Azotometers soll rechtwinkelig an dieses anschließen und keine trichterförmige Erweiterung aufweisen. Ganz reines Quecksilber ist nicht zweckentsprechend, da die Gasblasen darauf hängen bleiben. Man verunreinigt es, indem man etwas feinsten Kupferoxydstaub in die Birne bringt, diesen mit der Kalilauge in das Azotometer spült, oder einfach nach einer Angabe von O. R. Trautz<sup>1)</sup> das Quecksilber mit Äther schüttelt, wodurch es einen feinen schwarzen Schlamm erhält.

Von der 50%igen Kalilauge füllt man so viel in die Birne, daß diese bei hochgehobener Stellung und Vollfüllung des Azotometers noch bis zu einem Drittel gefüllt ist. Wenn das Azotometer nicht benützt wird, verschließt man die Öffnung der Birne mit einem Gummistopfen.

**50%ige Lauge.** Die zur Füllung des Azotometers erforderliche 50%ige Kalilauge stellt man sich aus gleichen Gewichtsteilen stangenförmigen Ätzkalis und Wasser dar. Nach dem Auflösen setzt man etwas gepulvertes Bariumhydroxyd zu (für 200 g Ätzkali ungefähr 5 g Bariumhydroxyd), rührt gut um und läßt eine halbe Stunde zugedeckt stehen. Dann filtriert man die konzentrierte Lauge entweder durch ein stärkeres, trockenes Papierfilter (nicht nachwaschen) oder man saugt sie auf einen Trichter

<sup>1)</sup> Mikrochemie IX, 300 (1931).

mit Glassinterplatte und aufgelegter Asbestschicht ab (Asbestschicht 3 bis 5 mm). Die Lauge, welche durch die Behandlung mit Bariumhydroxyd schaumfrei erhalten wird, kommt in Flaschen mit Gummistopfen zur Aufbewahrung.

Eine Füllung des Azotometers mit Lauge reicht je nach Beanspruchung derselben für 3 bis 6 Bestimmungen.

**Verbindungsschlauch.** Für die Verbindungsstücke nimmt man dickwandige Gummischläuche bester Qualität. Das Verbindungsstück für das Azotometer soll 4 bis 6 cm lang sein und streng auf die Einleitungsröhre des Azotometers passen. Man glyceriniert es schwach, schiebt es bis zur Hälfte auf das Einleitungsrohr, wo man es, so lange es gebrauchsfähig ist, beläßt. Für die Verbindung des Verbrennungsrohres mit dem Hahnstück verwendet man am besten das gleiche Schlauchmaterial wie bei der Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung zur Verbindung der Absorptionsapparate. Dieses Schlauchstück soll 3 bis 4 cm lang sein.

### Weitere Geräte zur Mikro-Dumas-Bestimmung.

Außer den vorangehend besprochenen Apparaten sind noch erforderlich:



Ein Verbrennungsgestell, eine lange Drahtnetzrolle (20 cm), zwei kurze Drahtnetzrollen (je 3 cm) und ein Drahtnetztonnel (20 cm).

Steht die Verbrennungsapparatur auf einem Holztisch, so legt man zweckmäßig eine Asbest- oder Eternitplatte auf, damit durch die strahlende Wärme die Tischplatte nicht beschädigt wird.

Für die Einfüllung der Substanz benötigt man ein Mischröhrchen in Form eines Reagensglases, ungefähr 8 cm lang, 1 cm Durchmesser, welches mit einem porenfreien, tadellos sitzenden Korkstopfen verschlossen wird. Zum Abb. 18. Mischröhrchen gehört ferner ein Einfülltrichter, welcher aus einer Glasröhre von 15 bis 20 mm Durchmesser und 4 cm Länge besteht, an deren verjüngtem Ende ein Schaft von 5 cm Länge und 5 mm Durchmesser ansetzt (Abb. 18).

## Die Durchführung der Bestimmung.

### Substanzeinwaage.

Die Einwaage der Substanz (2 bis 4 mg) erfolgt in einem Mikro-Wägegläschen (Abb. 19), welches eine Länge von 4 cm und einen Durchmesser von 7 mm hat. Mit diesem Wäge-