

Zum Aufsaugen und Ausblasen der Flüssigkeiten verwendet man zweckdienlich ein kleines Mundstück, damit nicht Speichel in das Rohr gelangt. Man nimmt dazu einen durchbohrten Gummi- oder Korkstopfen, durch welchen man ein Glasröhrchen schiebt, das sich nach außen erweitert und mit Watte gefüllt ist. Am besten verwendet man hiezu das Schnabelstück eines alten Mikro-Verbrennungsrohres.

Ausspülen. Die ursprünglich von Pregl angegebene Art der Ausspülung des Perlenrohres haben wir aufgegeben, da es nicht bei jedem Rohr gelingt, den mit Perlen gefüllten Anteil vollkommen mit Wasser zu füllen und das Auftreten von Luftblasen immerhin eine Gefahr für den quantitativen Verlauf darstellt.

Die Ausspülung des Rohres wird folgendermaßen durchgeführt: In einen 10 ccm fassenden Meßzylinder füllt man 9 ccm Wasser ein und entleert dieses in das weithalsige Reagensglas. Die Flüssigkeit wird nun bis zum letzten Tropfen in das Rohr aufgesaugt (Mundstück), dann die Mündung des Rohres mit dem Finger verschlossen und die Schnabelspitze des Rohres in ein zweites Gefäß (je nach der Bestimmung: Reagensglas, Erlenmeyer-Kolben oder Quarzschale) gebracht, in welches man den Inhalt abfließen läßt. Nun bringt man das Spiralenrohr wieder in das erste Reagensglas zurück, füllt in dieses 10 ccm Wasser ein, saugt wieder auf und entleert wie vorher in das zweite Gefäß. Beim drittenmal gibt man 11 ccm Wasser zum Spülen in das Reagensglas.

Nachdem man das Perlenrohr dreimal auf diese Weise ausgewaschen hat, stellt man das Reagensglas mit dem Rohr darin schräg auf den Tisch und spritzt von der Mündung aus das Rohr innere kurz ab. Das Spülwasser wird in das Reagensglas ausgeblasen, der untere Teil des Rohres außen abgespritzt und dann das Rohr beiseite gelegt. Dieses Waschwasser fügt man ebenfalls den früheren Waschwässern zu und spritzt nachher das Reagensglas nocheinmal kurz aus.

Nach dieser Methode wird die Absorptionsflüssigkeit quantitativ erfaßt, die Durchführung ist einfach und handlich, das gesamte Flüssigkeitsvolumen nur 30 bis 40 ccm.

Die Apparatur.

Die Apparatur ist in Abb. 25 wiedergegeben¹⁾. Das Perlenrohr wird so auf das Verbrennungsgestell gelegt, daß der mit Perlen gefüllte Teil über das Verbrennungsgestell frei hinaus-

¹⁾ In dieser Abbildung ist noch das Spiralenrohr wiedergegeben.

ragt. Über das Rohr werden eine lange (20 cm) und zwei kurze (je 3 cm) Drahtnetzrollen geschoben. Zu diesem Zwecke verstopft man die Mündung des Rohres mit einem Wattebüschchen, damit keine Eisenteilchen in dasselbe fallen. Das Rohr wird in unmittelbarer Nähe der Mündung in eine Stativklemme gespannt. In das Rohr bringt man einen Platinkontakt von 10 cm Länge (s. S. 29). Der Platinkontakt soll von dem mit Perlen gefüllten Teil 4 bis 5 cm entfernt sein. Die lange Drahtnetzrolle schiebt man über den Rohrteil mit dem Platinkontakt, von den beiden kurzen Drahtnetzrollen kommt eine vor und eine nach der Stütze des Verbrennungsgestelles. Über den mit Perlen gefüllten Teil wird das weithalsige Reagenzglas geschoben, welches von einer Stativgabel gestützt wird.

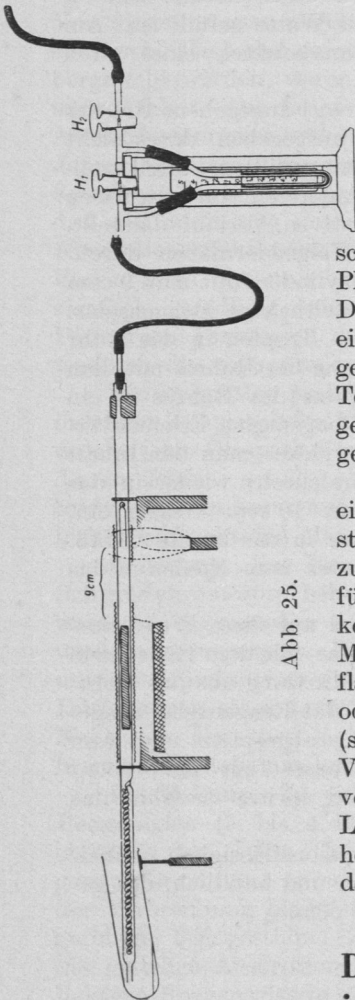


Abb. 25.

Die Mündung des Rohres wird mit einem passenden, durchbohrten Gummistopfen verschlossen, durch welchen ein zu einer Spitze ausgezogenes Glasröhrchen führt. Zur Messung der Gasgeschwindigkeit dient entweder eine (mit Hilfe der Mariotteschen Flasche) geeichte Waschflasche (Blasenzahl in der Zeiteinheit) oder der früher beschriebene Gasregulator (s. S. 22). Gasometer, Gasregulator und Verbrennungrohr werden durch Schläuche verbunden. Zur Apparatur gehört ferner ein Langbrenner, welcher den Platinkontakt heizt, ein Bunsenbrenner zur Verbrennung der Substanz und ein Drahtnetzunnel.

Die Mündung des Rohres wird mit einem passenden, durchbohrten Gummistopfen verschlossen, durch welchen ein zu einer Spitze ausgezogenes Glasröhrchen führt. Zur Messung der Gasgeschwindigkeit dient entweder eine (mit Hilfe der Mariotteschen Flasche) geeichte Waschflasche (Blasenzahl in der Zeiteinheit) oder der früher beschriebene Gasregulator (s. S. 22). Gasometer, Gasregulator und Verbrennungrohr werden durch Schläuche verbunden. Zur Apparatur gehört ferner ein Langbrenner, welcher den Platinkontakt heizt, ein Bunsenbrenner zur Verbrennung der Substanz und ein Drahtnetzunnel.

Die Bestimmung der Halogene im Perlenrohr nach F. Pregl.

Reinigung des Perlenrohres siehe S. 92.

Zur Beschickung des Perlenrohres werden zwei Kubikzentimeter halogenfreie Sodalösung und einige Tropfen halogenfreie Bisulfitlösung in das Reagenzglas gebracht und in das Perlenrohr