

Hitze gegeben, dass sich Sauerstoffgas entwickelt. Man sieht in diesem Falle kleine Luftbläschen durch die Kalilauge unabsorbirt gehen. Die hierzu erforderliche hohe Temperatur halten nur sehr gute Röhren von böhmischem Glas aus, ohne sich zu biegen oder aufzublähen. Bei schlechterem Glase ist es unerlässlich, den stark zu erhitzenden Theil der Verbrennungsröhre mit einem dünnen Kupferblech zu umgeben, und mit einem Eisendraht, den man in Form eines Ringes um die Röhre biegt, daran zu befestigen.

#### Verbrennung mit Kupferoxyd und Sauerstoffgas.

Organische Substanzen, welche sich nicht fein pulvern lassen, oder welche ausserordentlich reich an Kohlenstoff sind, verbrennt man am besten in der Weise, dass man sie mit Kupferoxyd gröblich mischt, durch Erhitzen die flüchtigen Theile zu Kohlensäure und Wasser verbrennt, und die rückbleibende Kohle durch Ueberleiten von Sauerstoffgas vollständig in Kohlensäure überführt. Man kann dies in verschiedener Weise ausführen, indem man entweder das Sauerstoffgas in der Röhre selbst entwickelt, oder das vorher in einem Gasometer aufbewahrte Sauerstoffgas durch die Röhre leitet. Letzteres Verfahren erfordert sehr complicirte Apparate, welche mit verschiedenen Abweichungen von Hess, Dumas und Stass, Erdmann und Marchand, und Wöhler beschrieben wurden.

a) Verbrennung mit Kupferoxyd und chlorsaurem oder überchlorsaurem Kali.

Wenn es nothwendig erscheint, die Verbrennung in

Sauerstoffgas zu beendigen, so entwickelt man dieses am einfachsten in der Röhre selbst aus chlorsaurem Kali oder, nach Bunsen's Vorschlag, aus überchlorsaurem Kali. Man bringt zu diesem Zwecke an das Ende der Verbrennungsröhre eine  $1\frac{1}{2}$  Zoll lange Schicht einer Mischung von 1 Theil chlorsaurem Kali und 8 Theilen Kupferoxyd, welche man vorher über der Spirituslampe gelinde erwärmt und noch heiss eingefüllt hat. Hierauf folgt  $\frac{1}{2}$  Zoll reines Kupferoxyd und endlich füllt man die Röhre wie gewöhnlich mit der Mischung von Kupferoxyd und der zu verbrennenden Substanz, zuletzt mit reinem Kupferoxyd an. Bei Anwendung von überchlorsaurem Kali bringt man dieses im geschmolzenen Zustande noch warm an das Ende der Röhre und trennt es durch einen frisch ausgeglühten Asbestpropfen von dem Kupferoxyd und der Mischung.

Man vollendet die Verbrennung auf die gewöhnliche Weise, und erhitzt, sobald die Gasentwicklung ganz aufhört, den Theil der Röhre, wo sich das chlorsaure oder überchlorsaure Kali befindet, durch allmähliges Auflegen glühender Kohlen. Der freiwerdende Sauerstoff treibt die Kohlensäure vor sich her, verbrennt die zurückgebliebene Kohle und oxydirt das reducirte Kupfer, so dass häufig kleine Gasblasen durch den Kaliapparat unabsorbirt durchgehen. Hat sich so viel Sauerstoffgas entwickelt, dass noch viele Blasen, ohne von der Kalilauge aufgenommen zu werden, durch den Kaliapparat gingen, so ist es unnöthig die Spitze der Verbrennungsröhre abzubrechen und Luft durchzusaugen. Ist dies aber nicht der Fall gewesen, so ist ein Theil der Kohlensäure noch in der Chlorcalciumröhre und dem Verbrennungsröhr und man bricht daher die Spitze der letzteren ab und saugt wie gewöhnlich Luft durch den Apparat. Da in

dem ersten Falle das Chlorcalciumrohr und der Kaliapparat mit Sauerstoff gefüllt sind, so muss man diesen durch Luft, welche man durchsaugt, verdrängen. In allen Fällen, in welchen man Sauerstoffgas anwendet, ist es rathsam, mit dem Kaliapparat eine kleine 2 Zoll lange, mit Kalihydrat gefüllte Röhre zu verbinden, welches das, von der durchstreichenden Luft aus der Kalilauge aufgenommene Wasser bindet und zurückhält. Dieses Röhrchen wird am einen Ende in eine kurze Spitze ausgezogen und am anderen mittelst eines Korks und Siegelacks an den Kaliapparat befestigt, so dass es stets mit demselben gewogen wird. Es ist nur selten nöthig das Kalihydrat dieses Röhrchens zu erneuern.

b) Verbrennung mit Kupferoxyd und Sauerstoffgas nach dem von Erdmann und Marchand\*) abgeänderten Verfahren von Hess\*\*).

Dieses Verfahren unterscheidet sich von dem vorhergehenden hauptsächlich durch die Anwendung von Sauerstoffgas, das man vorher im Gasometer gesammelt hat, und durch Anwendung der Spiritusflamme statt des Kohlenfeuers zum Erhitzen der Verbrennungsröhre.

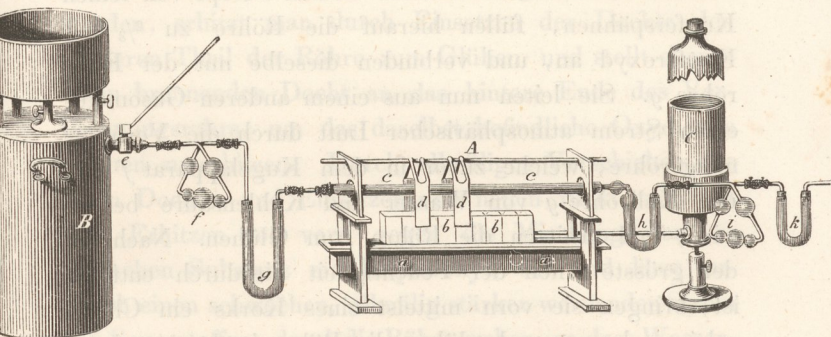
Nebenstehende Fig. 46 stellt den von Hess angewandten Apparat dar. Die Verbrennungsröhre *cc* liegt in einer schmalen Rinne von Eisenblech auf einer Schicht gebrannter Magnesia; vorn ist mittelst eines Korkes die Chlorcalciumröhre *h*, an diese der Kaliapparat *i* und endlich eine mit Kalihydrat gefüllte Röhre *k* befestigt. An dem hinteren Ende des Verbrennungsrohrs tritt der

\*) Ausführliche Beschreibung im Journ. f. prakt. Chem XXVII. 129.

\*\*\*) Beschreibung des Lampenapparats von Hess. Pogg. Ann. XLVI. 179.

im Gasometer *B* befindliche Sauerstoff, nachdem er einen

Fig. 46.



mit concentrirter Schwefelsäure gefüllten Kugelapparat und eine mit Stücken von Kalihydrat gefüllte Uförmige Röhre passirt hat, worin er von Wasserdampf und Kohlensäure vollständig befreit wurde, durch eine engere Röhre ein, welche mittelst eines Korkes an der Verbrennungsröhre befestigt ist. Der mit einem langen Hebel versehene Hahn *e* erlaubt, das Zuströmen von Sauerstoffgas nach Belieben zu reguliren. Die Verbrennungsröhre wird mittelst des Lampenapparates *A* erhitzt. Der an beiden Enden auf einem Gestell ruhende trogförmige Behälter *aa* ist bis zur Hälfte mit Weingeist gefüllt, welcher in dem Maasse als er verbrennt aus einem danebenstehenden Gefäss *C* durch eine unter dem Niveau des in der Rinne befindlichen Alkohols mündende Röhre zufließt. In der Rinne des Troges stehen mehrere Docht-halter *bb* aus Weissblech, welche platte, breite Dochte enthalten. Sie besitzen nahezu die Breite der Rinne. Ueber ihnen hängen auf einem Querstab eben so viele Schirme *dd*, welche die Hitze zusammenhalten und zugleich als Schornsteine dienen.

Bei der Füllung und Vorbereitung des Verbrennungsrohrs bringen Erdmann und Marchand an das vordere Ende desselben einen dichten Pfropf von feinen Kupferspähen, füllen hierauf die Röhre zu  $\frac{2}{3}$  mit Kupferoxyd an, und verbinden dieselbe mit der Kaliröhre *g*. Sie leiten nun aus einem anderen Gasometer einen Strom atmosphärischer Luft durch die Verbrennungsröhre, welche zuvor in dem Kugelapparat *f* und der Kaliröhre *g* von Wasser und Kohlensäure befreit wird, und erhitzen die Röhre zum Glühen. Nachdem der grösste Theil der Feuchtigkeit hierdurch entfernt ist, bringen sie vorn mittelst eines Korks ein Chlorcalciumrohr an und glühen die Röhre in dem trocknen Luftstrom völlig aus, worauf die Lampen allmählig ausgelöscht werden und die Röhre in dem langsamen Luftstrom erkaltet.

Man schreitet hierauf zur Mischung der zu verbrennenden Substanz mit dem Kupferoxyd in der Röhre. Aus einem etwas langen, an einem Ende zugeschmolzenen Röhrchen giesst man die zur Verbrennung anzuwendende Menge in die Verbrennungsröhre und mischt dieselbe mittelst eines vorn korkzieherförmig gewundenen Eisen- oder Messingdrahts mit dem Oxyde, was indessen nur gröblich zu geschehen braucht. Nachdem der Draht herausgezogen ist, füllt man den hinteren Theil der Verbrennungsröhre mit Kupferoxyd an, welches zuvor im Tiegel ausgeglüht und in einer verschlossenen Röhre erkalten gelassen wurde. Die Röhre wird zur Herstellung eines Kanals aufgeklopft, wobei man darauf zu sehen hat, dass der hinterste Theil der Füllung 4—5 Zoll von dem hinteren Ende der Röhre entfernt ist, weil dieses stets kalt bleiben muss.

Die Ausführung der Verbrennung erfordert einige

Aufmerksamkeit. Nachdem die gewogene Chlorcalciumröhre und der Kaliapparat nebst Kaliröhre auf die gewöhnliche Weise mit dem Verbrennungsrohre verbunden wurden, erhitzt man durch Einsetzen der Dochte den vorderen Theil der Röhre zum Glühen, und stellt ebenso einen brennenden Docht an das hintere Ende des Verbrennungsrohres, um das daselbst befindliche Oxyd zum Glühen zu erhitzen. Durch allmähiges Verschieben des einen Dochtes und Einsetzen von neuen rückt man mit dem Erhitzen von vorn gegen die Mischung der organischen Substanz mit Kupferoxyd vor und lässt zugleich einen schwachen, allmählig stärker werdenden Strom von Sauerstoffgas durch die Röhre gehen, so dass Wasserdampf und Kohlensäure nicht rückwärts in die Trockenröhren gehen können. Der Strom darf indessen nie so stark seyn, dass Sauerstoffgas durch den Kaliapparat durchginge. Wenn die Röhre ihrer ganzen Länge nach glüht und keine Gasentwicklung mehr stattfindet, verstärkt man den Sauerstoffstrom, bis solcher durch den Kaliapparat unabsorbirt zu gehen anfängt. Man schliesst nun den Hahn, löscht die Lampen aus, ersetzt das Gasometer mit Sauerstoff durch ein anderes, welches atmosphärische Luft enthält, und leitet einen langsamen Strom von atmosphärischer Luft durch den Apparat, bis dieser kalt geworden ist. Die Gewichtszunahme der Chlorcalciumröhre giebt die Menge des gebildeten Wassers und die Summe der Zunahmen des Kaliapparats und der Kaliröhre die Menge der gebildeten Kohlensäure an.

Die Verbrennungsröhre ist nach Beendigung der ersten Verbrennung ohne Weiteres für eine zweite vorbereitet.

Man sieht leicht ein, dass man bei dieser Verbren-

nung im Sauerstoffgas statt des Lampenapparates (worin bei einer Operation etwa 1 Liter Weingeist verbraucht wird) ebenso gut einen gewöhnlichen Verbrennungssofen und Kohlenfeuer anwenden kann.

Von dem im Vorhergehenden beschriebenen Verfahren weicht die von Wöhler angewandte Methode der Verbrennung mit Kupferoxyd und Sauerstoffgas etwas ab. Die Verbrennungsröhre wird an ihrem hinteren Ende in eine starke Spitze nach ihrer Längenrichtung ausgezogen, und eine mehrere Zoll lange Schichte stark ausgeglühtes Kupferoxyd eingefüllt, welches in einer zugekorkten Röhre erkaltet ist. Man scheidet dieses durch einen ausgeglühten Asbestpfropf von dem übrigen Theil der Röhre ab, führt hierauf die abgewogene organische Substanz auf einem Platinschiffchen ein und schliesst dieses wieder durch einen Asbestpfropf ab, so dass das Schiffchen nirgends mit Kupferoxyd in Berührung ist. Endlich füllt man den leeren Theil der Röhre mit stark ausgeglühtem und erkaltetem Kupferoxyd an, und verbindet die Chlorcalciumröhre und den Kaliapparat nebst Kaliröhre damit. Das hintere Ende der Röhre wird durch ein Kautschukrohr mit einem Sauerstoff-Gasometer in der auf Fig. 46 (s. S. 37) dargestellten Weise in Verbindung gebracht, so dass das Gas zuvor durch concentrirte Schwefelsäure und Kalihydrat von Feuchtigkeit und Kohlen-säure befreit wird. Die Verbrennung wird in einem Verbrennungssofen mit Kohlenfeuer auf die gewöhnliche Weise ausgeführt. Nachdem der vordere Theil der Röhre glühend gemacht ist, erhitzt man die Stelle, an welcher sich das Platinschiffchen befindet, unter langsamem Zulernen von Sauerstoffgas. Nach beendigter Verbrennung wird der Sauerstoffstrom verstärkt und zuletzt getrocknete

und von Kohlensäure befreite Luft zur Verdrängung des Sauerstoffs durch den Apparat geleitet.

Es enthält die verbrannte organische Substanz unorganische, nicht flüchtige Stoffe, so bleiben diese oxydirt in dem Platinschiffchen zurück und man kann mit der Verbrennung zugleich die Bestimmung derselben verbinden.

### Verbrennung flüssiger flüchtiger Körper.

Der Gang der Analyse dieser Art von Körpern ist am leichtesten und einfachsten, die Resultate sind am genauesten, und Anfänger thun wohl, sich mit der Verbrennung derselben zuerst zu beschäftigen.

Die Flüssigkeiten werden in Glaskugeln eingeschlossen gewogen; man verschafft sie sich auf folgende Weise: Eine etwa 12 Zoll lange, 3 Linien weite Barometeröhre *a* wird vor der Lampe in eine lange Spitze *c* ausgezogen Fig. 47 (s. f. S.). Man benutzt diese Spitze als Handhabe, um ein kleines Stück von der Röhre *a* mit einer langen, engen Zwischenröhre abzuziehen. Man schmilzt alsdann die Spitze *c* bei *d* ab, erweicht den abgezogenen Theil der Glasröhre *A* und giebt ihm durch Einblasen von Luft bei *B* die Form einer kleinen Kugel (s. Fig. 48). Man schneidet die Röhre bei  $\beta$  durch, und fährt auf diese Weise fort, sich eine beliebige Anzahl von Glaskugeln zu verfertigen. Die Feuchtigkeit des Mundes gelangt, der Länge der Glasröhre *a* halber, nie bis in die Glaskugeln.

Es versteht sich von selbst, dass das Aufblasen des Stückes *A* recht gut unterlassen werden kann, wenn es weit genug ist. Der Hals der Glaskügelchen ist 1 bis  $1\frac{1}{2}$  Zoll lang; der scharfe Rand der abgeschnittenen Spitze muss in einer Spiritusflamme glatt geschmolzen