

Das Verbrennungsrohr.

Es besteht aus einer Jenaer Hartglasröhre von 9—10 mm äußerem Durchmesser und 25 cm Länge. Das eine Ende verjüngt man durch anfängliches Ausziehen und späteres Zusammenfallenlassen in der Flamme derart, daß dadurch ein 10 mm langes, dickwandiges Röhrchen von 4 mm äußerem und entsprechend geringerem inneren Durchmesser entsteht. Dieser „Schnabel“ (*s*) wird erst auf Carborundumpapier so abgeschliffen und später auf feinem Schmirgelpapier nachpoliert, daß seine Mündung auf der Achse des ganzen Rohres normal steht. Diese Einrichtung, welche, so viel mir bekannt, zuerst *Kopfer* in Anwendung gezogen hat, war für das Gelingen des Verfahrens von entscheidender Wichtigkeit, da ja doch der Kautschuk für den Zweck der Verbrennungsanalyse an und für sich sehr wenig Eignung besitzt; ist er ja doch hygroskopisch und gestattet er dem Kohlendioxyd willig den Durchtritt. Die Verschließung des Verbrennungsrohres mit einem Kautschukpfropfen bei einem Verfahren, welches auf die Wägung der Kohlensäure und des Wassers in seiner Gesamtheit angewiesen ist, mußte das Resultat stets nachteilig beeinflussen und daher wurde überall darauf gesehen, daß der Gasstrom an keiner Stelle mit der Kautschukoberfläche in Berührung kommt und insbesondere wurde der Anschluß der Verbrennungsröhre an das Chlorcalciumrohr durch eine Kautschukschlauchverbindung hergestellt, welche sich zur Hälfte auf dem Schnabel des Verbrennungsrohres, zur Hälfte über das Rohr des Chlorcalciumröhrchens erstreckt. Es hat sich ferner als wichtig erwiesen, daß diese Schlauchverbindung so angelegt wird, daß nicht nur innerhalb dieser Glas an Glas zur Berührung kommt, sondern daß der übergestülpte Kautschukschlauch überdies der Länge nach über dem Röhrchen gestreckt erscheint, wodurch für die Dauer der Analyse die innigste Berührung der aneinander gefügten Glasteile gewährleistet ist. Eine Außerachtlassung dieser Vorschriften war stets von Mißerfolgen begleitet.

Die Füllung und Herrichtung des Verbrennungsrohres.


A. Für die Verbrennung von Körpern, welche nur C, H und O enthalten.

Man schiebt bis zum Schnabel des Rohres einen 1 cm langen Pfropfen Glaswolle (*gl*), auf diesen eine 4 cm lange Schichte von Kupferoxydasbest (*Cu O*) (nach den Angaben des Verf. bereitet ihn die Firma *E. Merck*), dem man zweckmäßigerweise etwas drahtförmiges Kupferoxyd (*Kahlbaum*) beimengt, um der sonst leicht zusammendrückbaren Masse festeren Halt zu geben, darauf ein kleines Bäschchen Seidenasbest (*As*), auf dieses locker gefüllten Pt-Asbest (*Pt*), den man wieder durch ein kleines Bäschchen Seidenasbest (*As*) vor der nun folgenden 4 cm langen Schichte Kupferoxydasbest (*Cu O*) schützt, auf diese wieder ein Bäschchen Seidenasbest (*As*) und dann ein zusammengefaltetes Stück Platinblech oder Platinasbest

(Pt) von 1 cm Länge.¹⁾ Die zweimalige Verwendung von Platin als Kontaksubstanz hat seinen Grund in der Überlegung, daß erstens Platin schon bei niedrigerer Temperatur als das Kupferoxyd die Verbrennung einzuleiten vermag, und daß zweitens auch in dem Falle, als an der ersten Stelle schon Sauerstoffmangel aufgetreten sein sollte, an der zweiten Platinfüllung wahrscheinlich noch elementarer Sauerstoff aus einem früheren Stadium der Verbrennung vorhanden sein dürfte.

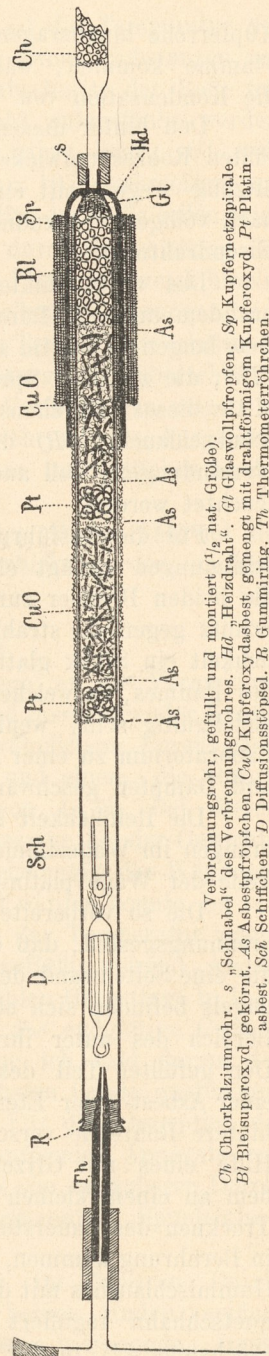
B. Für die Verbrennung von Körpern, welche außer C, H und O auch N, Halogene oder S enthalten. (Fig. 280.)

Auf den im verjüngten Teil des Rohres befindlichen Glaswollstöpsel bringt man in diesem Falle eine Schicht von 2·5—3 cm gekörntes Bleisuperoxyd (Bl) von Hanfkorngröße (E. Merck), darauf ein Bäschen Seidenasbest, und auf dieses die Füllung von derselben Art und Ausdehnung, wie sie in A. geschildert ist.

Um das Bleisuperoxyd dauernd auf der erforderlichen Temperatur von 180—200° zu erhalten, wickelt man um das Rohr einen 5 cm breiten Streifen von ausgeglühtem Kupferdrahtnetz (Sp) in 4 straffen Lagen, legt auf die 4. Lage ein -förmig gestaltetes Stück Kupferdraht (Kd), den sogenannten „Heizdraht“, und wickelt darüber wieder 3—4 Lagen Kupferdrahtnetz. Der verwendete Kupferdraht sei ca. 1·5 mm dick, die Länge der beiden Schenkel betrug 7 cm, und die Länge des Zwischenstückes 14 mm. Nach Umschnürung der Kupferrolle mit feinem Kupferdraht an beiden Enden, schiebt man sie so zurecht, daß das eine Ende mit dem Beginn der Verjüngung der Röhre zusammenfällt, und zieht den darin befindlichen Drahtbügel soweit vor- oder rückwärts, daß sein gebogenes Zwischenstück nach dem Herunterbiegen die Stelle des Rohres fest berührt, wo sein konischer Teil in den engen Schnabel übergeht.

Bei dieser Anordnung werden die freien Enden der Schenkel ca. 1 cm weit über die

Fig. 280.



Verbrennungsrohr, gefüllt und montiert ($\frac{1}{2}$ nat. Größe).
 Chl Chloralkaliumrohr. s „Schnabel“ des Verbrennungsrohres. Hd „Heizdraht“. G! Glaswollstropfen. Sp Kupfernetzspirale.
 Bl Bleisuperoxyd, gekörnt. As Asbeststropfen. CuO Kupferoxydasbest, gemengt mit drahtförmigem Kupferoxyd. Pt Platin-
 asbest. Sch Schiffchen. D Diffusionsstöpsel. R Gumming. Th Thermometerrohren.

¹⁾ Siehe darüber auch Holdermann und Scholl, Ber. 43, S. 342—343, welche darin über eine von R. Weitzenböck ausgearbeitete Methode berichten.

Kupferrolle hinausragen und dadurch beim Gebrauch in das Bereich der Flamme kommen, während das durch Leitung erwärmte Zwischenstück die Kondensation von Wasser im Schnabel dauernd verhindern wird.

Den hinter diesem einfachsten Luftbad befindlichen Anteil des gefüllten Rohres umwickelt man zur Schonung und der gleichmäßigeren Erhitzung wegen mit einer einfachen Lage feuchten Asbestpapieres, und nach völliger Trocknung dieses mit einer einfachen Lage ausgeglühten Eisendrahtnetzes.

Das weite, hintere Ende des Verbrennungsrohres verschließt man, nachdem man die Ränder in der Flamme hat ablaufen lassen, mit einer 5 cm langen, 4 mm im äußeren Durchmesser betragenden Thermometerröhre (*Th*), die zu einer Spitze ausgezogen ist, indem man bis etwa in die Mitte dieses Röhrchens ein ringförmiges Stückchen eines passenden Kautschukschlauches (*R*) darüberschiebt. Wie alle Kautschukdichtungen und -verbindungen, soll auch diese mit einer unwägbaren Spur Glycerin befeuchtet werden.

Für die Ausführung von C-H-Bestimmungen und auch für die N-Bestimmungen genügt ein gewöhnlicher Tisch (an dem zwei Gashähne für die beiden Brenner zur Verfügung stehen), auf dessen Platte man zum Schutz gegen die strahlende Wärme, aber auch aus Rücksichten der Reinlichkeit ein Stück glattes Packpapier aufbreitet. Hingegen dürfte die Wahl des Raumes, in welchem die Verbrennungen gemacht werden sollen, nicht gleichgültig sein, wenigstens vermeide ich es, solche Bestimmungen im Laboratorium zu einer Zeit zu machen, wo die Luft massenhaft mit Gasen und Dämpfen geschwängert ist.

Die Reinlichkeit sämtlicher Operationen erlaubt es, die C-H-Bestimmungen im Wagezimmer auszuführen. Übrigens sind sämtliche schwingende Teile der Wage platinirt, also kaum angreifbar.

Die so vorbereitete Verbrennungsröhre legt man derart in das Verbrennungsgestell, daß die Kupferrolle darüber hervorragt und gleichzeitig die eine Seitenwand desselben berührt. Die beiden freien Enden des Drahtbügels befinden sich oben, zu beiden Seiten der Röhre, und werden ins Bereich des unter ihrer Füllung befindlichen Flachbrenners hineinragen. Den gefüllten Teil des Rohres innerhalb des Gestelles bedeckt man mit einer Asbest- oder Eternitplatte von 7 cm Länge und 5 cm Breite. Das das hintere Rohrende verschließende Thermometerröhrchen verbindet man mit Hilfe eines mit Glycerin etwas befeuchteten Gummischlauchstückes mit dem an einem kleinen Eisenstativ hängenden Apparate zum Reinigen und Trocknen des Sauerstoffes, und der Luft, indem auch hier Glas an Glas in Berührung kommen, und verbindet diesen Apparat mittelst eines längeren Gummischlauches mit dem Sauerstoffgasometer. Mit einem guten Schraubquetschhahn reguliert man den Sauerstoffstrom so, daß etwa 2—3 Blasen (höchstens 4!) in der Sekunde den Blasenähler passieren. Zum Zwecke des Ausglühens bringt man den Flachbrenner zuerst auf 2 Minuten unter den leeren Teil, dann unter den gefüllten Teil des Rohres.

Sehr wichtig für das Ergebnis der Analyse ist die Temperatur der Kupferrolle. Zu deren Messung bediene ich mich zweier Substanzen von bekanntem Schmelzpunkt, die auf die einzelnen Abschnitte der Rolle mit einem zwischen den Lippen befeuchteten Platindraht aufgestäubt werden. An dem Ende der Rolle, das dem Rohrschnabel näher liegt, soll wohl Cholesterin ($F = 146^\circ$), nicht aber Cholalsäure ($F = 197^\circ$) schmelzen; am anderen Ende sowie auf der daran angrenzenden Hälfte der Rolle sollen beide schmelzen. Die Einstellung der Temperatur erfolgt durch Verschiebung der Flamme, nötigenfalls durch Kürzung der beiden ins Flammenbereich hineinragenden Drahtenden. Bei Wiedereinhaltung derselben Bedingungen wird man bei demselben Rohr immer wieder dieselben Temperaturverhältnisse erzielen. Sollte einmal versehentlich die Temperaturgrenze überschritten worden sein oder das Bleisuperoxyd stark hellere Verfärbungen zeigen, so wechsele man es oder verdampfe zum mindesten während des Ausglühens einen Tropfen konzentrierter Salpetersäure, den man im Schiffchen in das Verbrennungsrohr eingeführt hat.

Ist der Sauerstoffstrom in der geschilderten Weise während des Ausglühens durch 10 Minuten durch das Rohr geschickt worden, so kann man mit der Verbrennung beginnen.

Die Absorptionsapparate.

Für den Bau dieser war von allem Anfange an die Vermeidung komplizierter Oberflächen, einspringender Winkel und vorspringender Kanten geboten. Anfänglich verwendete ich solche aus gewöhnlichem Eprovetten-glas mit einem äußeren Durchmesser von 14 mm und einem, die Absorptionsmittel aufnehmenden Raum in einer Länge von 14 cm . Bei diesem immerhin großen Raum war der Einfluß der Temperatur bei der Gewichtsbestimmung so groß, daß es stets mühsamer Wiederholungen der Wägungen erforderte, bis die richtige endgültige Zahl ermittelt werden konnte. Im vorletzten Sommer war diese große Abhängigkeit von der Temperatur wegen der hohen Sommertemperatur in Graz nicht sehr auffällig störend. Anders hingegen gestaltete sich die Sache während der kühlen Herbsttage in Innsbruck, wo immer lange Zeit erforderlich war, um das endgültige Gewicht der Absorptionsapparate zu ermitteln. Daher habe ich bald darauf den Apparaten eine Form gegeben, welche sie im höchsten Grade unabhängig macht von den störenden Temperatureinflüssen. Für die Absorption des Wassers sowie des Kohlendioxyds werden röhrenförmige Apparate verwendet, welche aus einer äußerst dünnwandigen, 8 mm im äußeren Durchmesser messenden Glasröhre angefertigt sind (sogenanntes „Spindelglas“, weil daraus Aräometerspindeln gemacht werden).

A. Beim Chlorcalciumrohr ist der 8 mm im äußeren Durchmesser messende Rohrabschnitt 7 cm lang. An beiden Enden verjüngt er sich und geht in 4 mm im äußeren Durchmesser betragende, starke Röhrrchen (r) über. Vor dem Ansetzen des zweiten Röhrrchens füllt man in den konisch verjüngten Teil ein Bäuschchen festgestopfter Glaswolle (gl),