

Es ist selbstverständlich, daß sehr fein regulierbare Druckreduzierventile in Stahlflaschen die unmittelbare Entnahme komprimierter Gase gestatten.

Der Druckregler.

Die schon frühzeitig (1912) gewonnene Erkenntnis, daß für das Gelingen einer Analyse eine entsprechende minimale Berührungsdauer der zu verbrennenden Dämpfe mit den einzelnen Teilen der Rohrfüllung unerlässlich ist, machte es notwendig, dafür Sorge zu tragen, daß in gleichen Zeiten immer gleiche Mengen der zu verbrennenden Dämpfe den Querschnitt des glühenden Rohres passieren. Diese Geschwindigkeit ist in hohem Maße von dem Druck des zuströmenden Sauerstoffes oder der Luft abhängig. Zur Regulierung solcher Gasströme bedient man sich im allgemeinen entsprechender Quetschhähne an Schlauchleitungen, und ich selbst habe mich bei meinen Versuchen, die in meiner ersten schon öfter erwähnten Publikation beschrieben sind, der Quetschhahnregulierung bedient. Mit der zunehmenden Verfeinerung der Analyse war es aber dringend geboten, Sicherungsvorkehrungen zu finden, die auch bei einer unvorsichtigen Handhabung des Quetschhahnes eine unvorhergesehene Druck- und infolgedessen Geschwindigkeitssteigerung der zugeführten Gase unmöglich machen.

In höchst vollkommener Weise erfüllt dies der auf einem Brette montierte Druckregler *DR*, welcher im wesentlichen aus zwei Glockengasometern besteht, von denen der eine für die Zufuhr der Luft, der andere für die Zufuhr des Sauerstoffes bestimmt ist. Jeder besteht aus einer auf dem Brett befestigten 240 mm hohen und etwa 60 mm im äußeren Durchmesser messenden Glasflasche, die etwa bis zur halben Höhe mit Wasser gefüllt wird, dem etwas Natronlauge zugesetzt ist, und deren Mündung mit übergestülpter Holzkappe versehen ist. Durch die zentrale Bohrung der Holzkappe läßt sich die eigentliche Gasometerglocke in der Höhe verschieben, wobei sie von drei Metallfedern gehalten wird. Diese Gasometerglocke besteht im wesentlichen aus einer 20 mm im Durchmesser messenden, 200 mm langen Glasröhre, in deren Innerem eine enge Glasröhre von oben, wo sie angeschmolzen ist, bis zu ihrem unten offenen Ende reicht. Diese axial gelegene, für die Zuleitung des Gases bestimmte Glasröhre ist in ihrem äußeren

Teil zweimal rechtwinkelig gebogen und durch einen gealterten Kautschukschlauch, der durch einen Quetschhahn, *Q* Abb. 3 und Abb. 4, läuft, mit dem betreffenden Vorratsgasometer verbunden.

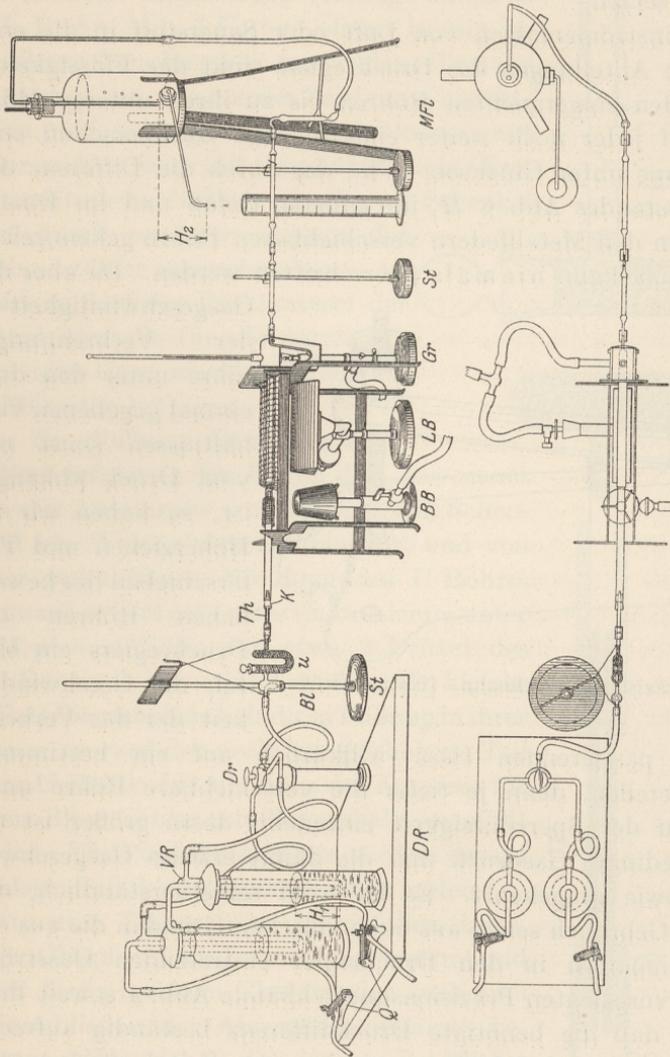


Abb. 3. Gesamtansicht der C-H-Bestimmung in Ansicht und Aufriß. ($\frac{1}{12}$ natürl. Größe).
 DR Druckregler, VR Verschiebbare Röhre (Glockengasometer), H₁ Niveaudifferenz, Q Präzisionschraubenquetschhahn,
 D'r Dreivegehahn, U U-Rohr mit Bl Blasenähler, Th konische Thermometer, K Kautschukpipette, BB beweglicher
 Brenner, LB Langbrenner, Gr Granate, MFL Mariottesche Flasche, H₂ die durch sie erzeugte Saugwirkung, St Stativ.

Die Ableitung des in den Glockengasometer eingetretenen Gases erfolgt durch ein am oberen Ende der Glockenröhre seitlich angesetztes Glasrohr, welches seinerseits durch einen ebenfalls gealterten Schlauch mit dem einen Schenkel eines Dreiwegehahnes

Dr verbunden ist. Durch Drehung des letzteren sind wir imstande, nach vollzogener Verbrennung der Substanz den Druckregler für den Sauerstoff auszuschalten und den für die Luft in Betrieb zu setzen.

Beim Einströmenlassen von Luft oder Sauerstoff in die entsprechenden Abteilungen des Druckreglers sinkt das Flüssigkeitsniveau in den eingetauchten Röhren bis zu ihren unteren Mündungen und jeder noch weiter einströmende Gasüberschuß entweicht daraus unter Glucksen, d. h., der durch die Differenz des Flüssigkeitsstandes Abb. 3 H_1 im äußeren Gefäß und im Innern der zwischen den Metallfedern verschiebbaren Röhre gekennzeichnete Gasdruck kann niemals überschritten werden. Da aber die

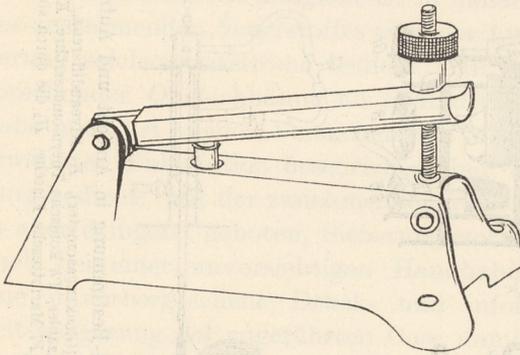


Abb. 4. Präzisionsquetschbahn. (Natürl. Größe.)

Gasgeschwindigkeit in der Verbrennungsröhre unter den dort einmal gegebenen Verhältnissen sonst nur vom Druck abhängig ist, so haben wir im Höherziehen und Tieferschieben der beweglichen Röhren des Druckreglers ein Mittel, die Geschwindigkeit der das Verbrennungsrohr passierenden Gase willkürlich auf ein bestimmtes Maß einzustellen, denn je tiefer die verschiebbare Röhre unter das Niveau der Sperrflüssigkeit eintaucht, desto größer ist der dadurch bedingte Gasdruck und die damit erzielte Gasgeschwindigkeit, sowie umgekehrt. Es ist wohl selbstverständlich, daß man beim Gebrauch schon aus ökonomischen Gründen die aus den Vorratsgasometern in den Druckregler eintretenden Gasströme durch die vorgelegten Präzisionsquetschhähne Abb. 4 soweit drosseln wird, daß die benötigte Druckdifferenz beständig aufrechterhalten wird und daß höchstens in längeren Zeitabständen, etwa 3—5 Sekunden, Gasblasen aus den Mündungen der verschiebbaren Röhren in die Zimmerluft entweichen.

Die dritte Röhre des Dreiwegehahnes ist durch einen mindestens 250 mm langen ebenfalls gealterten Kautschukschlauch mit dem

Gasgeschwindigkeit in der Verbrennungsröhre unter den dort einmal gegebenen Verhältnissen sonst nur vom Druck abhängig ist, so haben wir im Höherziehen und Tieferschieben der beweglichen Röhren des Druckreglers ein Mittel, die Geschwindigkeit der das Verbren-

Blasenzähler (Abb. 3 und Abb. 5 *Bl*) in Verbindung gesetzt, der mit dem zum Reinigen und Trocknen der Gase bestimmten U-Rohr zu einem Stück vereinigt ist. Das U-Rohr Abb. 5 *U*, aus einem 10 mm im äußeren Durchmesser messenden Glasrohr gefertigt, ist, wie aus der Zeichnung ersichtlich, auf der einen Seite geschlossen, auf der andern Seite mit eingeschlifftem Glasstopfen verschließbar. An diesem Schenkel ist durch seitlichen Ansatz der Blasenzähler angeschmolzen. An diesem darf der Durchmesser der Austrittsstelle für die durchströmenden Gase nicht mehr als ein Millimeter betragen.

Die Füllung dieses Apparatchens erfolgt in der Weise, daß man zuerst in das Ansatzrohr am geschlossenen Schenkel ein Wattepföpfchen einführt und von der geschliffenen Mündung des U-Rohres hierauf so viel gekörntes Chlorcalcium unter Klopfen einfüllt, daß etwa 2 Drittel des U-Rohres davon erfüllt werden. Ein kleines Wattebüschchen hält diese Füllung in ihrer Lage, worauf der noch leer gebliebene Teil des U-Rohres bis zur Höhe des Ansatzes für den Blasenzähler mit Natronkalk angefüllt wird. Ein Pfröpfchen Watte wird so darauf gelegt, daß der Natronkalk nicht in den Ansatz zum Blasenzähler hineinfallen kann. Der Glaspfropf wird vorsichtig erwärmt und mit Krönig'schem Glaskitt, der auch zum Verschließen der Absorptionsapparate benutzt wird, (sich S. 44), in dem Schliff befestigt. Jetzt erst füllt man mit einem ausgezogenen Glasrohr in den Blasenzähler tropfenweise so viel 50 proz. Kalilauge, wie sie für die Stickstoffbestimmung ge-



Abb. 5. Das U-Rohr mit dem *Bl* Blasenzähler und seine Anfügung an die Verbrennungsröhre mit dem im Kautschukpfropf (*K*) steckenden konischen Thermometerrohr (*Th*). (Natürl. Größe.)

braucht wird, ein, so daß das verjüngte untere Eintrittsende der Gase gerade in das Niveau der Kalilauge eintaucht. Sollte mehr davon hineingekommen sein, so drückt man den Überschuß durch Hineinblasen am anderen Ende des U-Rohres aus. Nach entsprechender Reinigung der Ansatzröhrchen versieht man, wie aus der Zeichnung ersichtlich, dieses Apparatchen mit einem entsprechenden Drahtbügel, hängt es damit an den Haken eines längeren Statives *St* und schiebt das andere Ende des Verbindungsschlauches mit dem Dreiwegehahn über das Ansatzröhrchen des Blasenzählers. Das Ansatzröhrchen am geschlossenen U-Rohrschenkel verbindet man mit einer konisch ausgezogenen 4 mm im äußeren Durchmesser messenden und 40—50 mm langen Thermometerkapillare *Th* durch Darüberschieben eines mit geschmolzenem Vaseline im Vakuum vorbehandelten Verbindungsschlauchstückes, wie solche zur Aneinanderfügung der Absorptionsapparate verwendet werden. Das konisch verjüngte Stück ist bestimmt, durch die Bohrung des kleinen Kautschukpfropfens *K* geschoben zu werden, der die offene Mündung des Verbrennungsrohres verschließt. Um das Ankleben dieses Kautschukpfropfens zu vermeiden, wird seine Bohrung sowohl wie seine äußere konische Oberfläche im Bedarfsfalle von Zeit zu Zeit mit einer Spur Glycerin befeuchtet und der Überschuß desselben durch sorgfältiges Abwischen und Auswischen entfernt. Es hat sich durch tausendfältige Erfahrungen gezeigt, daß dieser Vorgang keine Fehlerquelle in sich birgt, insofern dieser Kautschukpfropfen nicht in vorschriftswidriger Weise erhitzt wird.

Ursprünglich befanden sich zwischen jedem der beiden Druckregler einerseits und dem Dreiwegehahn andererseits große, voluminöse Trockenapparate mit Blasenzählern für die zugeleiteten Gase. Diese Einrichtung wurde später, Ende 1913, verworfen und an deren Stelle das kleine U-Rohr mit dem Blasenähler unmittelbar hinter dem Verbrennungsrohr angebracht (so wie ich es schon bei meinen ursprünglichen Versuchen gehabt hatte), weil bei der früheren Anordnung auch die kleinsten Undichtigkeiten des Dreiwegehahns Fehler bedingten und weil man sich zur Neufüllung der großen Trockenapparate nicht so oft entschließen wollte, als es notwendig war, um der Forderung nach der Gleichwertigkeit des Chlorcalciums hier und in den Absorptionsapparaten zu entsprechen.

Wer lediglich mit leicht verbrennlichen Körpern einfacher Konstitution zu tun hat, kann füglich auf den Gebrauch des Druckreglers verzichten und hätte in diesem Falle die Gaszuleitungen von den Gasometern unmittelbar an den Dreiwegehahn anzuschließen. Diese vereinfachte Anordnung, welche ich ursprünglich benützt und in der schon öfter angeführten Publikation beschrieben habe, wird sich für eine große Zahl von Fällen in der Hand des Geübten als hinreichend erweisen; bei schwer verbrennlichen und insbesondere stark halogen-, schwefel- und stickstoffhaltigen Körpern gewährleistet auf Grund vielfältiger Erfahrungen erst die Anwendung des Druckreglers vollen Erfolg.

Das gefüllte und an das Verbrennungsrohr angeschlossene U-Rohr mit dem Blasenähler muß nun geeicht werden, d. h. man bestimmt das Gasvolumen, das in einer Minute den Querschnitt des Systems passiert, und die dieser Gasgeschwindigkeit gleichzeitig entsprechende Blasenfrequenz. Diese Eichung erfolgt am einfachsten nach Verbindung der Mariotteschen Flasche mit dem Schnabel des Verbrennungsrohres, wie später im Zusammenhange nochmals erwähnt werden soll, durch Messung der Wassermenge, die im Zeitraume von etwa 2 oder 5 Minuten in einen Meßzylinder abtropft. Während dieser Zeit bestimmt man die Anzahl der Blasen, welche im Blasenähler aufsteigen. Ergibt die Messung der Wassermenge, daß z. B. in der Minute 4 ccm Gas hindurchgegangen sind, und die gleichzeitige Zählung der Blasenanzahl in 10 Sekunden die Zahl 12, dann kann man jede beliebige Gasgeschwindigkeit durch die Zählung der Blasen in 10 Sekunden erkennen: denn einer Gasgeschwindigkeit von 3 ccm in der Minute entspricht eine Blasenfrequenz von 9 Blasen in der Sekunde und einer Gasgeschwindigkeit von 5 ccm in der Minute eine Blasenfrequenz von 15 Blasen in 10 Sekunden.

Erfordernisse für die Füllung des Verbrennungsrohres zur Kohlenstoff-Wasserstoff-Bestimmung.

1. Das Verbrennungsrohr. Es besteht aus einer Jenaer Hartglasröhre von 9,5—10,5 mm äußerem Durchmesser und einer Länge von mindestens 400 mm. Das eine Ende ist durch entsprechendes Ausziehen so verjüngt, daß ein Schnabel von 20 mm Länge und einem äußeren Durchmesser von 3—3,5 mm entsteht.