

Es ist empfehlenswert, über den beiden Schlauchenden Ligaturen anzubringen. Von der Birne aus füllt man reines Quecksilber ein, bis dessen Niveau in die Mitte zwischen dem Einleitungsrohr *E* und dem höher gelegenen seitlichen Ansatz für den Schlauch *A* reicht. Vor dem Einfüllen der 50 proz. Kalilauge wird der Hahn *H*₃ sorgfältig mit wenig Vaseline gleitend gemacht. Die Verwendung irgendeines anderen Schmiermittels verbietet sich aus dem Grunde, weil dann nach kurzer Zeit die 50 proz. Kalilauge zu schäumen beginnt. Die Menge der letzteren bemißt man derart, daß bei Vollfüllung des Mikroazotometers gleichzeitig auch etwa ein Drittel der Birne davon erfüllt ist.

Bei Azotometern, die mit tadelloso reinem Quecksilber und reiner 50 proz. Kalilauge frisch gefüllt sind, kommt es im Anfange des Gebrauches vor, daß die aufsteigenden Gasblasen an der Grenze zwischen Quecksilber und Lauge hängenbleiben und erst nach mühsamem Schütteln zum weiteren Aufsteigen veranlaßt werden. Diese Erscheinung hört aber nach den ersten Bestimmungen auf, sobald sich an der erwähnten Trennungsfläche feinsten Kupferoxydstaub angesammelt hat.

Die 50 proz. Kalilauge.

Die Messung kleiner Gasvolumina fordert unbedingt, daß das Niveau der 50 proz. Kalilauge, dessen Stand im Präzisions-Mikroazotometer abgelesen wird, absolut schaumfrei ist. Da auch aus den besten Handelssorten bereitete Laugen diesen Anforderungen nicht entsprechen, war es von Wichtigkeit, ein Verfahren zu finden, nach welchem eine Lauge von den erforderlichen Eigenschaften gewonnen werden kann.

200 g Kaliumhydroxyd in Stangen (von Merck) werden in 200 ccm Wasser zur Lösung gebracht und hierauf 5 g feingepulvertes Baryumhydroxyd zugesetzt. Nach dem Umschütteln läßt man $\frac{1}{4}$ Stunde stehen, um die Hauptmenge des ausgeschiedenen Baryumcarbonates sich absetzen zu lassen, und saugt hierauf auf einer Nutsche ab, deren Siebplatte man mit Gooch-Tiegel-Asbest gedeckt hat, indem man die zuerst abgelaufenen Portionen so lange wieder aufgießt, bis man ein vollkommen wasserklares Filtrat erhält. Die so erhaltene Kalilauge wird in Flaschen aufbewahrt, die mit Gummistopfen verschlossen sind. Ebenso gut

gelingt es, das Schäumen der Kalilauge durch Zusatz von Baryumchlorid zu beseitigen, wie ich das schon in meiner ersten Veröffentlichung mitgeteilt habe. Ich gebe gegenwärtig der Behandlung mit Baryumhydroxyd den Vorzug, weil dabei eine halogenfreie Lauge erhalten wird.

Vorbereitung der Substanz

für die gasvolumetrische Stickstoffbestimmung.

Das Abwägen der Substanz für die Stickstoffbestimmung nimmt man am besten in Wägeröhrchen (Abb. 20 a u. b) vor, die man sich vor der Flamme aus Reagenzgläsern zieht. Sie haben eine Länge von 30—35 mm und verlaufen etwas konisch. Ihr offenes Ende hat einen Durchmesser von etwa 4 mm, das geschlossene einen solchen von etwa 2—3 mm. Für hygroskopische Körper bereitet man sich aus dem benachbarten Stück der gezogenen Kapillare einen in die konische Mündung des Wägegläschens passenden Stopfen, der einerseits abgeschmolzen, andererseits zu einem dünnen Griff ausgezogen ist. Um das Röhrchen ohne wesentliches Erwärmen anfassen zu können, steckt man es in eine Spirale von dünnem Aluminiumdraht, deren freies, seitlich vorragendes Ende zu einer größeren Öse als Griff umgebogen ist. Am besten fertigt man sich diesen Griff in der Weise an, daß man dünnen Aluminiumdraht 2—3 mal um einen etwa 2 mm dicken Glasstab so wickelt, daß seine ungleichen Enden nach der letzten Überkreuzung einen rechten Winkel bilden. In einer Entfernung von etwa 4 mm biegt man den längeren Schenkel rechtwinkelig nach aufwärts. Die Länge des kürzeren Schenkels und die Umbiegungsstelle sind so gewählt, daß das durch die dreifache Öse gesteckte Wägeröhrchen nur mit drei Punkten, dem zugeschmolzenen Ende, der Spitze des kürzeren und der Umbiegungsstelle des längeren Drahtschenkels auf der Unterlage aufruhet.

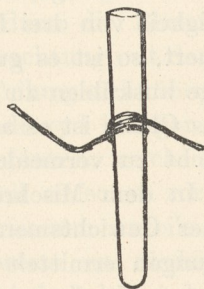


Abb. 20 a.
Wäge-
röhrchen.

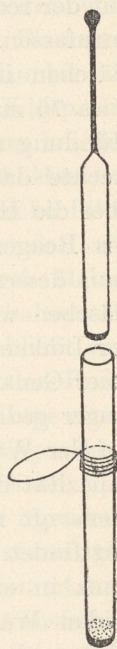


Abb. 20 b.
Wägegläschen
mit Glaspfropf
und Aluminiumgriff. (Natürl. Größe.)