

Substanz für die Analyse und schließlich die Ausführung einer solchen selbst besprochen werden.

Der Sauerstoff, die Luft und die Schläuche für deren Zuleitung.

Der Sauerstoff wurde ursprünglich aus chlorsaurem Kalium und Braunstein in der üblichen Weise entwickelt. Bei der Kontrolle sämtlicher Bedingungen und aller Einflüsse, die sich bei der Kohlenstoffbestimmung geltend machen, hat es sich herausgestellt, daß auf diese Weise gewonnener Sauerstoff stets fälschliche Gewichtszuwächse des Chlorkalziumrohres und des Kaliapparates bedingte. Die Erscheinung trat hingegen bei Verwendung des aus flüssiger Luft hergestellten Sauerstoffes nicht auf, und seither wird aus diesem Grunde für die Kohlenstoffbestimmung ausschließlich nur solcher verwendet. Aus Braunstein und chlorsaurem Kali entwickelter Sauerstoff hat sich nur dann als brauchbar erwiesen, wenn er sehr langsam entwickelt, unmittelbar in eine Reihe gut wirkender Kühler einzutreten gezwungen war und erst in vollkommen abgekühltem Zustande durch einen Schlauch in den Gasometer eingeleitet wurde. In den ursprünglichen Versuchen hat also der heiße Sauerstoff auf seinem Wege durch den Einleitungsschlauch diesem vermutlich kohlenstoff-wasserstoffhaltige Verbindungen entzogen und mitgeführt. Diese Erkenntnis war von außerordentlichem Werte für die Verfeinerung der mikroanalytischen Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Verbindungen und erklärte mir erst eine Reihe von damals zwar bekannten, aber noch unaufgeklärten Erscheinungen; so z. B. die, daß eine tadellos aufgestellte Apparatur in einem anderen Laboratorium mit einwandfrei guten neuen Schläuchen konsequent zu hohe Werte sowohl bei der Analyse, als im blinden Versuch gezeigt hat. Erst nach vielen Versuchen, also langem Durchleiten von Gasen durch die neuen Schläuche, ist diese Fehlerquelle verschwunden. Dies war für mich der Anlaß, alle Kautschukschlauchleitungen, die bei der Mikroanalyse auf dem Wege von den Gasometern bis zum Verbrennungsrohr zur Verwendung kommen, vorher einem künstlichen Alterungsprozeß zu unterziehen, indem durch sie im Trockenschranke während einer Stunde Luft von 100—110° mit der Wasserstrahlpumpe durchgesaugt

wird. Nach dieser „künstlichen Alterung“ neuer Schläuche sind dieselben ohne weiteres bei der Kohlenwasserstoffbestimmung für die Zufuhr reiner Luft und reinen Sauerstoffs verwendbar.

Aus den besprochenen Gründen ist es sehr bequem und empfehlenswert, die längeren Zufuhrleitungen für die genannten Gase aus dünnen Bleiröhren anzulegen und nur an jenen Stellen gealterte Kautschukschläuche zu verwenden, wo entweder eine größere Beweglichkeit oder die Anwendung eines Quetschhahnes unvermeidlich ist.

Auch die für die Analyse verwendete Luft erfordert eine gewisse Beachtung; denn es hat sich gezeigt, daß die Verwendung mit Dämpfen organischer Lösungsmittel geschwängelter Laboratoriumsluft, wie nicht anders zu erwarten, auch positive Gewichtszuwächse im blinden Versuch und etwas erhöhte Analysenresultate bedingt. Aus diesem Grunde wird die Luft zur Füllung des Luftgasometers im Freien z. B. bei einem offenen Fenster entnommen.

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