

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. Wie ich mich jüngst überzeugen konnte, empfiehlt es sich, diesen Schnabel nicht durch Ausziehen, sondern durch Ansetzen einer Röhre von den genannten Dimensionen und der gleichen Glasorte herzustellen. Wichtig ist, daß das Lumen des Schnabels nicht zu eng ist, weil es sonst bei der Analyse an dieser Stelle leicht zum Verschlusse durch ein kondensiertes Wassertröpfchen kommen kann. Das Ende des Schnabels sei senkrecht zur Längsachse eben abgeschnitten und die Kanten in der Flamme ohne Einziehung abgelaufen. Dasselbe gilt vom weiten Ende des Rohres.

2. Feines Tressensilber oder Silberwolle ist in tadelloser Reinheit bei August Bühne & Co. zu Freiburg im Breisgau zu erhalten gewesen. Es empfiehlt sich, das Tressensilber vor dem Gebrauche zur Sicherheit in einer Glasröhre im Wasserstoffstrom zu reduzieren und hernach noch im Sauerstoffstrom zu glühen. Dasselbe Verfahren wendet man an, um die Silberfüllungen gebrauchter Röhren, die also schon mit Halogen und Schwefel überladen sind, für den neuerlichen Gebrauch herzurichten.

3. Für die Herstellung der Asbestpfröpfe bedient man sich des käuflichen, gereinigten Gooch-Tiegelasbestes. Man verabsäume es niemals, ihn unmittelbar vor der Verwendung auf einem Platintiegeldeckel unter öfterem Umwenden **heftig** auszuglühen.

4. Das Bleisuperoxyd. Obwohl die Firma E. Merck in Darmstadt die Liebenswürdigkeit hatte, mir zuzusagen, daß sie ein gekörntes Bleisuperoxyd von Hirsekorngöße nach meiner Vorschrift herstellen will, so will ich auch das von mir geübte Verfahren hier mitteilen: Käufliches pulveriges Bleisuperoxyd wird in einer Abdampfschale mit konzentrierter Salpetersäure auf dem Wasserbade erhitzt, hierauf mit Wasser digeriert und nach einigem Stehen durch wiederholtes Dekantieren mit destilliertem Wasser gewaschen. Den schlammigen Rückstand dampft man nun lang-

sam ein, und bevor er noch völlig trocken geworden ist, zerschneidet man ihn mit einem scharfen Spatel in kleine Würfelchen. Diese rotiert man dann in einer geräumigen Pulverflasche entweder mit der Hand oder noch bequemer auf der langsam laufenden Drehbank. Dabei schleifen sich die Würfelchen gegenseitig ab und von den entstandenen Kügelchen kann das abgeriebene Bleisuperoxydpulver durch Absieben getrennt werden. Diesen staubförmigen Anteil kann man nach neuerlichem Befeuchten wieder zur Herstellung weiterer Mengen des gekörnten Präparates gewinnen.

Es ist absolut unzulässig, zur Erleichterung des Körnungsprozesses irgendein Klebemittel zu verwenden. Solche Präparate haben mich viel Mühe und Zeit gekostet, bis immer wieder durch Vergleich mit meinem reinen Präparat die Ursache für andauernd zu hohe Kohlenstoffwerte in der unerlaubten Anwendung eines Klebemittels erkannt wurde. Solche Präparate verraten sich durch größere Härte und dunkleres Aussehen der Körner. Es hat sich in jüngster Zeit als sehr empfehlenswert erwiesen, die zu verwendende Bleisuperoxydmenge vor dem Einführen in das Rohr auf eine Stunde unter eine Glasglocke neben Ammoniak zu stellen, weil dadurch die nachträgliche Ausglühdauer offenbar infolge Neutralisation der letzten hartnäckig anhaftenden Reste von Salpetersäure auf wenige Stunden herabgesetzt wird.

5. Als eigentliche oxydierend wirkende Füllung des Rohres wird eine Mischung von einem Teil drahtförmigen Kupferoxyd und zwei Teilen Bleichromat in hirse- bis hanfkorngroßen Stücken angewendet. Sie soll vor dem Einfüllen tüchtig ausgeglüht werden.

Die Füllung des Verbrennungsrohres für die Kohlenstoff- Wasserstoff-Bestimmung.

Zweckmäßigerweise wird das Rohr zuerst wiederholt mit Schwefelchromsäure und Wasser gewaschen, hierauf mit destilliertem Wasser und Alkohol abgespült und an der Pumpe unter gelindem Erwärmen getrocknet.

Mit einem reinen Glasstab von etwa 4 mm Durchmesser, der scharfkantig abgeschnitten ist, schiebt man ein Bäschchen Silberwolle bis zum Schnabel in der Schichtlänge von etwa 10 mm vor. Darauf bringt man ein winziges Bäschchen frisch ausgeglühten