

## Die Granate und das Verbrennungsgestell.

Aus den früheren Darlegungen geht hervor, daß das Bleisuperoxyd ein so ausgezeichnetes Absorptionsmittel für höhere Oxyde des Stickstoffes darstellt, daß man namentlich bei gleichzeitiger Anwesenheit von Schwefel und Halogen neben Stickstoff, in welcher Bindungsart immer er sich in der zu analysierenden Substanz befinden möge, auf dieses vorzügliche Mittel nicht verzichten soll, trotzdem es eine Reihe von besonderen Aufmerksamkeiten in seiner Behandlung und Anwendung erfordert.

Das Bleisuperoxyd hat die Eigenschaft, Wasser zähe zurückzuhalten, und zwar mit steigender Temperatur abnehmende Mengen desselben. Für jede dieser Temperaturen ist aber die zurückgehaltene Wassermenge konstant. Um daher korrekte Wasserstoffwerte zu erhalten, ist es notwendig, das Bleisuperoxyd auf konstanter Temperatur nicht nur während der Verbrennung, sondern auch schon früher während des Ausglühens des Rohres zu erhalten. Dies erreichte ich anfänglich mit einer massiven zylindrischen Kupfermasse, durch deren zentrale Bohrung das Verbrennungsrohr gesteckt war, seiner Form wegen „Kupfergranate“ genannt; ihre Temperatur wurde durch ein von oben hineinragendes Thermometer gemessen und durch die Regulierung eines von unten her erwärmenden, entleuchteten Mikrobrenners in der Regel auf 180° eingestellt. Um die Regulierung der Temperatur noch einfacher und sicherer zu gestalten, baute mir auf meine Anregung der Mechaniker am Innsbrucker Physiologischen Institut Franz X. Eigner eine Hohlgranate, Fig. 6 *Gr*, in der eine hochsiedende Flüssigkeit in konstantem Sieden erhalten wird. Anfänglich benützte ich dazu die zwischen 190° und 220° siedende Petroleumfraktion; später über Anregung des Kollegen Fritz Strauß in Straßburg technisches Cymol, das die konstante Temperatur von 176° einzuhalten gestattet und außerdem gegenüber dem Petroleum noch einige Vorteile besitzt. Diese Hohlgranate ist ein hart gelöteter Hohlkörper von 65 mm Länge, 30 mm im äußeren Durchmesser messend, der für die Lagerung des Verbrennungsrohres axial einen zylindrischen Raum umschließt, dessen Durchmesser 11 mm beträgt. An der Oberseite ist durch Verschraubung ein eingekittetes gläsernes Steigrohr *St* als Luftkühler angebracht und von unten her erfolgt die Heizung durch einen entleuchteten Mikrobrenner.



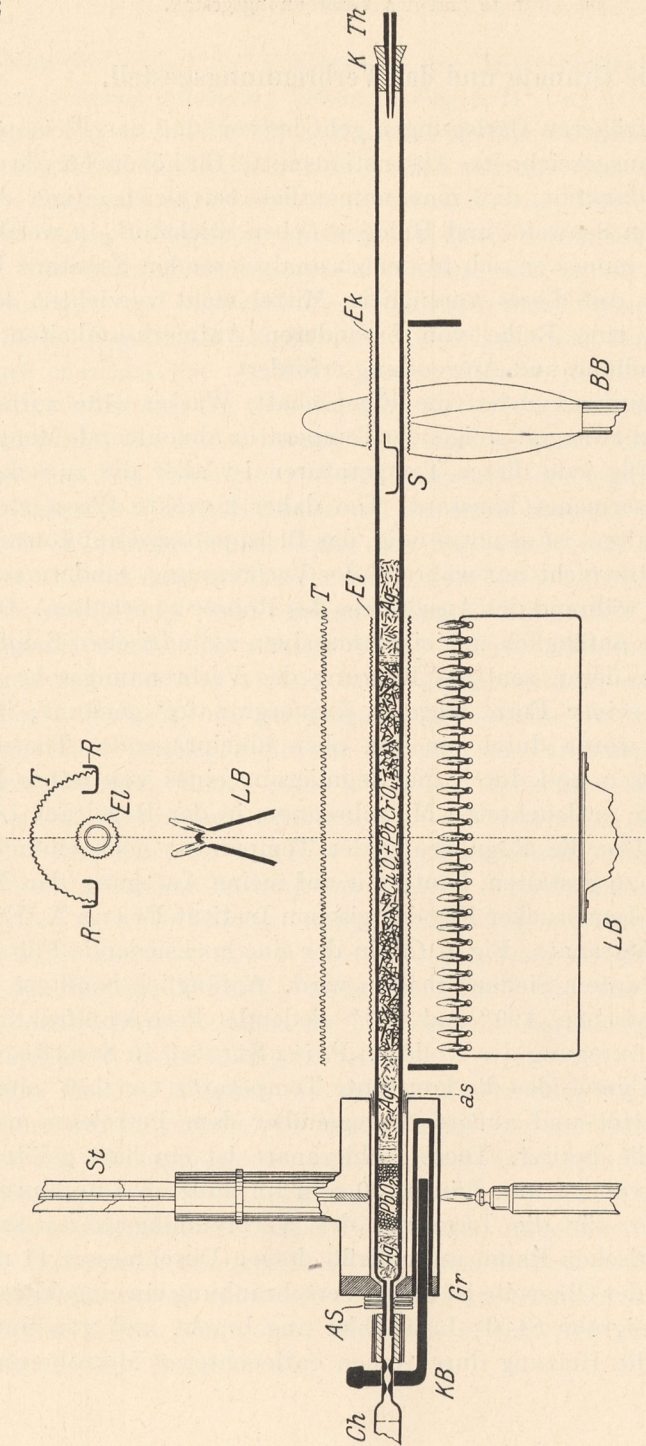


Fig. 6. Das gefüllte Verbrennungsrohr in seiner Lage während der Analyse. ( $\frac{1}{3}$  natürl. Größe.)  
*Ch* Chloralkaliumrohr, *KB* Kopperbügel, *Gr* Hohlgramme, *St* ihr Steigrohr, *LB* Langbrenner, *BB* beweglicher Brenner, *T* Drahtnetz, *EL* lange Eisendrahtnetzrolle, *R* Eisenblechrimmen, *as* Asbestumwicklung, *AS* Asbestscheibchen.



Außerdem ist in der Hohlgranate ihrer ganzen Länge nach eine zylindrische Bohrung von 3 mm Durchmesser angebracht, die es gestattet, den Kupferbügel *KB* für die Erwärmung des Anfangsteiles des Chlorkalziumrohres *Ch* im Bereiche der zwei kapillaren Verengungen seiner Länge nach darin zu verschieben. Die übrige Anordnung ergibt sich aus den Zeichnungen (Fig. 3 und 6).

Die für die Erreichung korrekter Wasserstoffwerte unerläßliche Bedingung der konstanten Temperatur wird von der Hohlgranate in überaus vollkommener Weise erfüllt, wenn man auch dafür sorgt, daß das eingeführte und mit dem Schnabel aus der Hohlgranate vorragende Verbrennungsrohr am anderen Ende der Granate durch einen 10 mm breiten Streifen Asbestpapier *as* umwickelt wird, um dort eine mäßige Dichtung zu erzielen, welche eine störende Luftzirkulation und damit sekundäre Temperaturschwankungen zu verhindern hat. Außerdem steckt man auf den Schnabel einige Asbestscheibchen mit zentraler Durchbohrung *AS*, um das benachbarte Schlauchstück vor übermäßiger Erwärmung zu schützen.

Hat man in der geschilderten Weise das zuvor gefüllte Verbrennungsrohr in der Hohlgranate mit der Asbestumwicklung festgesteckt, so gestatten es die übrigen mechanischen Einrichtungen derselben, den daraus vorragenden Teil des Verbrennungsrohres horizontal und derart in der Höhe zu verstellen, daß es in die rechtwinkeligen Einschnitte an den beiden Stirnseiten des Verbrennungsgestelles eben zwanglos aufzuliegen kommt. Der Zwischenraum zwischen der Hohlgranate und der benachbarten Stirnseite des Verbrennungsgestells beträgt, wie aus der Fig. 6 ersichtlich, etwa 10 mm.

Das auf 4 Füßen ruhende Verbrennungsgestell hat eine Länge von 250 mm und außer den beiden genannten rechtwinkeligen Einschnitten für das aufruhende Verbrennungsrohr zu beiden Seiten und diesem parallel zwei schmale metallene Rinnen *R*, welche im Bereiche der Rohrfüllung ein im Durchschnitte U-förmig gebogenes grobes Eisendrahtnetz zu tragen haben, das um das Verbrennungsrohr einen tunnelartigen Raum in der Länge von 160 mm abschließt (Drahtnetzunnel *T*). Diese Anordnung hat sich von allem Anfang an für die gleichmäßige Erhitzung des Rohres in seinem gefüllten Anteil als die vollkommenste erwiesen und hat niemals zum Wunsche einer Änderung Anlaß gegeben. Ein 50 mm



langer, verschiebbarer Drahtnetzunnel über den beweglichen Brenner leistet bei schwer verbrennlichen Körpern sehr gute Dienste.

Der zu erhaltende, gefüllte Rohrranteil wird durch eine darübergeschobene Rolle von dünnem, engmaschigem Eisendrahtnetz *El* in der Länge von 160 mm gegen die unmittelbare Berührung durch die Flammen des Langbrenners und auch gegen Verkrümmungen geschützt.

Sehr gut bewährte sich auch für diesen Zweck, dem Vorschlage Dubskys entsprechend, eine rechtwinkelig gebogene Schiene aus schwarzem Blech von 20 mm Breite, deren beide Enden geschlitzt und so umgebogen sind, daß ihre vorderen Enden im rechtwinkligen Einschnitt der Stirnseite des Verbrennungsgestell und ihre hinteren Enden in den beiden Längsrinnen desselben aufsitzen. Die 150 mm lange Schiene wird mit feuchtem Aspestpapier ausgekleidet und dient nach dem Trocknen des letzteren als Unterlage für den zu erhaltenden gefüllten Teil des Verbrennungsrohres.

Die Erhitzung erfolgt mit dem Langbrenner *LB*, dessen Anordnung aus den Zeichnungen (Fig. 3 u. 6) hinlänglich erhellt. Er wurde mir auch auf meine Anregung vom Universitätsmechaniker Franz X. Eigner in Innsbruck konstruiert und gestattet eine außerordentlich feine Regulierung bei annähernd gleicher Flammenhöhe in der ganzen Reihe.

Die Aufstellung der Apparatur für die Kohlenstoff-Wasserstoff-Bestimmung kann auf jedem Arbeitstisch erfolgen. Um die Tischplatte vor Hitze zu schützen, wählt man als Unterlage am besten eine Eternitplatte. Ein von den allgemeinen Arbeitsräumen abgesonderter Raum ist für diese Bestimmung erwünscht; auch das Wagenzimmer eignet sich dazu, wenn die Aufstellung auf der der Wage gegenüberliegenden Wand erfolgt. Die Aufstellung neben der Wage verbietet sich, weil letztere durch die Erhitzung beständigen Nullpunktsschwankungen unterworfen ist, und ebenso ist es unstatthaft, die Verbrennung in Räumen vorzunehmen, die vom Wagenzimmer weit entlegen sind, denn beim Transport der Absorptionsapparate sind diese zu großen Temperaturschwankungen ausgesetzt.

### Die Absorptionsapparate.

Ausgehend von den Erfahrungen, die auf S. 1322 und 1323 meiner früheren Publikation mitgeteilt sind, daß die Anbringung