

Das Präzisions-Mikroazotometer.

Da das Mikroazotometer in der ursprünglichen Ausführung, wie sie in der öfters genannten ersten Publikation beschrieben ist, mancherlei Mängel und hie und da sogar Fehler gezeigt hat, wandte ich mich an die Firma Wagner & Munz in München, die mir eine sehr sorgfältige Ausführung vermittelte. Als wesentlicher Fortschritt gegenüber der früheren Ausführung ist die Einrichtung der Meßröhre unter dem Hahn H_3 des Azotometers zu bezeichnen. Ihre Dimension ist so gewählt, daß der Raum eines Kubikzentimeters zwischen 95 und 105 mm Länge beansprucht. Ein Drittel des Umfanges ihrer Wand trägt einen eingeschmolzenen Mattglasstreifen, über dem als Hintergrund die Ablesungen an der Teilung außerordentlich scharf vorgenommen werden können. Der Nullpunkt der Teilung liegt am Hahn. Sie beginnt mit etwa 0,03—0,05 ccm und setzt sich nach unten bis etwa 1,2 ccm fort. Einige Azotometer sind auch bis 1,5 ccm geteilt worden. Natürlich besitzen diese eine längere Meßröhre und sind infolgedessen weniger handlich. Der Raum zwischen zwei Teilstrichen beträgt ein hundertstel Kubikzentimeter, und man kann, namentlich mit Benutzung einer Ableselupe von Köhler-Leipzig, den zehnten Teil davon, also ein tausendstel Kubikzentimeter = 1 cmm, mit Leichtigkeit abschätzen. Die einzelnen Teilstriche sind auf der Meßröhre derart angebracht, daß sie drei Viertel des Röhrenumfanges umfassen. Diese Einrichtung ermöglicht es, die Ablesung stets ohne parallaktischen Fehler vorzunehmen; denn man muß bei der Ablesung Auge und Lupe so halten, daß die Teilstriche im Bereiche der abgelesenen Strecke mit ihren hinteren Enden zur Deckung kommen. Von besonderer Wichtigkeit ist die Anfertigung der Teilung. Dabei werden bekannte Quecksilbervolumina, und zwar 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,5, 0,8, 1,1, 1,2 ccm bei umgekehrtem Azotometer und geschlossenem Hahn in die Meßröhre eingefüllt und die höchste Kuppe des konvexen Quecksilbermeniskus markiert. Dieser Art der Herstellung der Teilung liegt die zwar theoretisch nicht einwandfreie, praktisch aber zulässige Annahme zugrunde, daß der konvexe Quecksilbermeniskus im umgekehrt stehenden Azotometer und der nach oben konkave Meniskus der die Glaswand benetzenden 50proz. Kalilauge kongruent seien. In der geschilderten Weise wird auf

mein Verlangen jedes Instrument im Eichamt an den früher erwähnten Teilstrichen geprüft, gezeichnet und mit Prüfungsschein versehen. Die Technik der Herstellung der Präzisions-Mikroazotometer hat sich bald so vervollkommenet, daß eine große Reihe von Apparaten, wie mir die Durchsicht der entsprechenden Prüfungsscheine ergeben hat, entweder ganz fehlerfrei ist oder höchstens an vereinzelt Stellen Abweichungen von 1—2 mm zeigt.

Zu jedem Präzisions-Mikroazotometer wird (außer dem Eichschein) ein dazu passender Holzfuß sowie ein Zwischenstück *Zw* mit Hahn H_2 geliefert, welches den Anschluß an den Schnabel des Verbrennungsrohres vermittelt. Von einer Verlegung des Hahnes in das Gaseinleitungsrohr des Azotometers wurde, obwohl damit eine Kautschukverbindung vermieden worden wäre, Abstand genommen, weil der Apparat dann zu zerbrechlich ausgefallen wäre, namentlich, seitdem der Hahn H_2 zwecks leichteren Regulierens einen längeren Hebelarm als Griff erhalten hat.

Vor der Füllung reinigt man das Präzisions-Mikroazotometer durch wiederholtes Ausspülen mit Schwefelchromsäure und Wasser und läßt es umgekehrt hängend abtropfen. Dann erst verbindet man die ebenfalls gewaschene getrocknete Birne *B* mittels des Kautschukschlauchs mit dem seitlichen Ansatz des Azotometers. 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 tadello 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 filtriert hierauf durch einen Trichter, in dessen Schaft man ein Bäschchen Glaswolle und darauf Gooch-Tiegel-Asbest gebracht hat, indem man die zuerst abgelaufenen Portionen so lange wieder aufgießt, bis man ein vollkommen wasserklares Filtrat erhält. Die so erhaltene Kalilauge wird in mit Gummistopfen verschlossenen Flaschen aufbewahrt. Ebensogut 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 volumetrische Stickstoffbestimmung.

Das Abwägen der Substanz für die Stickstoffbestimmung nimmt man am besten in Wägeröhrchen (Fig. 19) 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