

diesem Grunde muss nach einer Anzahl von Analysen das Kupferoxyd regeneriert werden; dies geschieht, indem der Asbestpfropfen sammt dem Oxyde herausgenommen, mit Salpetersäure angefeuchtet und alsdann in einem kleinen Porzellantiegel stark erhitzt wird.

Um das Glasrohr zu schützen, wird um die untere Seite desselben ein schmaler Streifen dünnes Asbestpapier mittels Eisendraht befestigt; dasselbe hält, ohne sich zu biegen oder zu deformiren, viele Analysen aus, wenn es aus gut schwerschmelzigem Glase hergestellt ist.

Aus dem Verbrennungsrohre *C* treten die Gase in die Absorptionsflasche *D*, welche eine klare Lösung von Bariumhydrat in Wasser enthält. Der Kolben *D*, welchen man durch das Ausziehen des Halses aus einem gewöhnlichen Fractionirungskolben herstellt, braucht nicht mehr als etwa 100 cc zu fassen. Die Barytlösung, welche die Kohlensäure absorbiren soll, wird, wie gesagt, kochend in den Kolben *D* filtrirt, welcher selbst kochendes Wasser, versetzt mit einigen Tropfen Salzsäure, enthält (Fig. 1). Der Kolben *D* ist mittels Gummischläuchen einerseits mit dem Einleitungsrohre *f* und dem Kupferoxydrohre *C* verbunden,

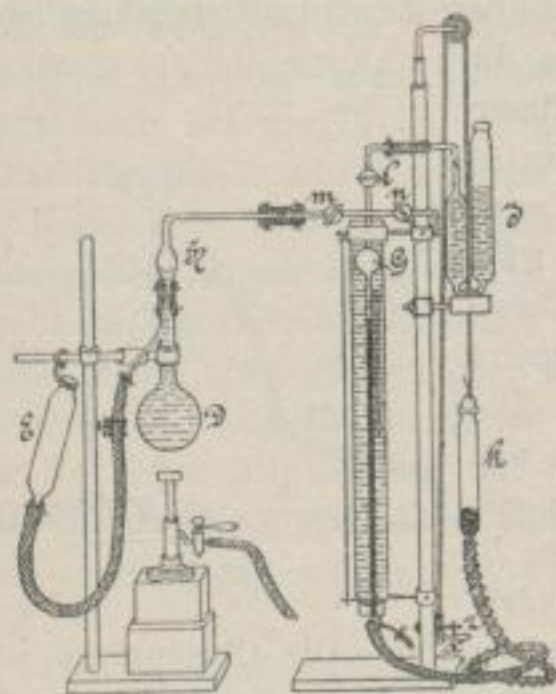


Fig. 3.

auf der anderen Seite mit dem Reservoir *E*, in dessen Hals das Schutzrohr *F* eingesetzt ist, welches ein wenig zerstoßenes Kalihydrat zwischen Baumwolle enthält.

Die von der Barytlösung im Kolben *D* absorbirte Kohlensäure wird sodann volumetrisch durch Auskochen unter vermindertem Druck bestimmt im Kohlenbestimmungsapparate (Fig. 3),

der aus einem Maassrohre *G* besteht, welches oben zu einer Kugel ausgeblasen und in $\frac{1}{10}$ -cc in der Weise gradirt ist, dass der erste Theilstrich 13 cc markirt; im Ganzen fasst das Rohr 48 cc. Von dem kugelförmigen Reservoir *E* zweigt sich ein Ableitungsrohr ab, sehr eng, doch nicht capillar, versehen mit drei Glashähnen *l*, *m* und *n*. Durch *n* kann das Maassrohr mit der äusseren Luft in Verbindung gesetzt werden, durch *l* mit dem Orsat'schen Absorptionsrohre *J*, welches Kalilauge enthält, und mit *m* ist der Apparat mittels dicken Gummischlauches luftdicht mit dem wirklich capillaren Ansatzrohre an der Erweiterung *H* verbunden, worin die Gase sich sammeln, welche durch das Auskochen im Kolben *D* entbunden werden.

Die Oeffnung des Ansatzrohres an dieser Erweiterung *H* muss haarfein sein, damit nur Gas, nicht aber auch ein mit übergerissener Wassertropfen in das Maassrohr gelangen kann. Dieser Zweck wird leicht erreicht, wenn man, wie nachfolgend beschrieben, verfährt, vorausgesetzt, dass das Capillarrohr ohne längere trichterförmig aufgeblasene Erweiterung an *H* angeschmolzen ist. Die Erweiterung *H*, welche etwa 20 cc fasst, wird durch einen Gummischlauch mit dem Halse von *D* verbunden. Dieser Kolben soll vor dem Auskochen mit ausgekochtem Wasser und Salzsäure bis zu einer am Halse zur Erweiterung *H* angebrachten Marke gefüllt sein. Die Luftverdünnung

in *H* wird hervorgebracht, indem man das Maassrohr *G* mit Quecksilber füllt und das Reservoir *k* hoch hebt. Dabei bleibt der Hahn *n* geöffnet, während *l* und *m* geschlossen gehalten werden. Wird alsdann *n* geschlossen, *m* geöffnet und *k* gesenkt, so wird die Luft aus *H* nach *G* gesaugt. In gleicher Weise werden die während des Auskochens entwickelten Gase nach *G* fortgesaugt, wo die Kohlensäure in gewöhnlicher Weise durch Absorption in *J* bestimmt wird. Beim Ablesen des Volumens im Maassrohre *G* wird das umgebende Wasser im Mantelrohre umgemischt, indem man einige Luftblasen von unten einbläst, worauf man die Temperatur und den Barometerstand abliest. Man bestimmt die Kohlensäure zwei-, drei- und viermal während jeder Analyse, so oft sich eine passende Menge Gas im Maassrohre *G* angesammelt hat. Das zurückgebliebene kohlenstofffreie Gas lässt man durch *n* entweichen, jedoch so, dass das Maassrohr nicht gänzlich, sondern nur theilweise geleert wird, so dass das Quecksilber in *G* nicht höher als bis zum ersten Theilstrich steigt.

Während Gasmessung und Kohlensäureabsorption vor sich gehen, bleibt der Hahn *m* geschlossen und das Kochen in *D* wird unter vorsichtiger Heizung fortgesetzt, wodurch Zeitverlust vermieden wird. Das Auskochen der Kohlensäure wird durch die geringe Wasserstoffgasentwicklung wesentlich erleichtert, welche durch den vorher beschriebenen Wasserstoffentwickler in *D* hervorgerufen wird.

Nachdem der Apparat, wie die Abbildung zeigt, jedoch ohne den Absorptionskolben *D*, zusammengesetzt und aufgestellt ist, legt man 35 bis 45 g Bisulfat in *A* ein und bringt es zum Schmelzen, während man die kohlenstofffreie Luft vom Gasometer her in regelmässigem Strom die ganze Leitung durchstreichen lässt. Das Kupferoxydrohr *C* wird im Glühen erhalten und das Bisulfat in *A* bis zur völlig wasserklaren blasenfreien Schmelze erhitzt. Die vorhergegangene Erhitzung ist keineswegs überflüssig, weil, sobald man mit äusserster Genauigkeit zu arbeiten beabsichtigt, feine organische Partikelchen und Staub, welche möglicher Weise den Rohrwänden oder dem Bisulfate anhaften, während derselben zu Kohlensäure verbrennen, die mit dem Luftstrome entweicht. Ist der ganze Apparat mit kohlenstofffreier Luft gefüllt und hat man sich vergewissert, dass das Bisulfat rein ist, so wird die Lampe unter *A* entfernt. Das Kupferoxyd wird weiter erhitzt und der Luftstrom bleibt in Bewegung, während das Bisulfat erstarrt. Erst nach vollständiger Erstarrung desselben wird die abgewogene Eisenprobe in *A* eingelegt.

Wie früher bemerkt, gibt man dem zu probirenden Eisen am besten die Form dünn ausgehämmerten Blechs oder von Hobelspänen. Dasselbe wird aus dem Einwägungsrohre unmittelbar in *A* eingeworfen, am besten in einem Stücke. Ist Eisenpulver oder Feilspan zu analysiren, so werden diese in einer kleinen Platinhülse abgewogen und diese wird mitsammt der Probe eingeführt.

Sobald die Lampe unter *A* entfernt ist, setzt man das Absorbirungsmittel in Bereitschaft. Der Kolben *D* wird zur Hälfte mit destillirtem, gewöhnlich mit 3 bis 4 Tropfen Salzsäure versetztem Wasser gefüllt und zu heftigem Kochen gebracht (Fig. 2); in den Hals des Kolbens wird ein Trichter mit Filter eingesetzt. Während des Kochens wird die Luft aus dem Kolben ausgetrieben und Wasserdämpfe entweichen durch den Trichter und durch das Reservoir *E*.