

Leicht flüchtige Substanzen werden in Gefäßchen aus schwer schmelzbarem Glas eingewogen, die die Form eines in der Längsachse gezogenen Ellipsoides haben. Diese Gefäßchen werden geschlossen geliefert<sup>4)</sup>, u. zw. so groß, daß sie die Einwaage von etwa 0,05 g fassen.

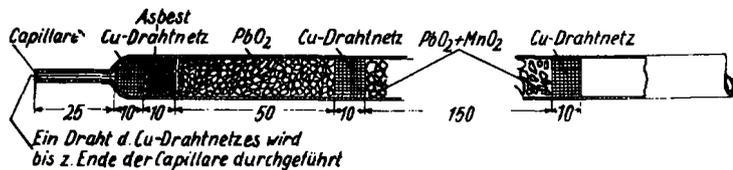


Abb. 2. Rohrfüllung.

Für die Füllung rauht man die eine Spitze leicht mit Sandpapier an, bis man eine feine Öffnung mit der Lupe erkennt. Ein solch präpariertes Kügelchen ist für viele Analysen verwendbar. Man füllt es wie üblich mit Hilfe des Exsiccators, bis die Capillare ganz mit dem Kraftstoff ausgefüllt ist und keine Luftblase mehr enthält. Das in ein Platinschiffchen gelegte und gewogene Glaskügelchen wird so in den Sauerstoffverteiler eingeschoben, daß die feingeöffnete Spitze in Richtung des Sauerstoffstromes zu liegen kommt. Die Verbrennung erfolgt mit dem Gasstrom. Der warme Sauerstoffstrom und die langsame Erwärmung des Platinschiffchens genügen, um den Treibstoff allmählich zu vergasen, so daß keine Entzündung eintritt.

Die Versuchsgenauigkeit des Halbmikroverfahrens von  $\pm 0,2\%$  bei Kohlenstoff und bei Wasserstoff war selbst bei Beachtung der bisher bekannten Fehlerquellen noch unzureichend, insbes. verlangten die Forschungsarbeiten über flüchtige Treibstoffe eine größere Genauigkeit als  $\pm 0,2\%$ . Diese Tatsache gab Veranlassung, eine Möglichkeit zu suchen, die Fehlergrenze herabzusetzen, ohne aber das sonst brauchbare Halbmikroverfahren zu verlassen. Zahlreiche Versuche haben ergeben, daß durch Verbesserung der Absorptionsgefäße eine bessere Übereinstimmung der Analysenwerte als bisher erhalten werden konnte.

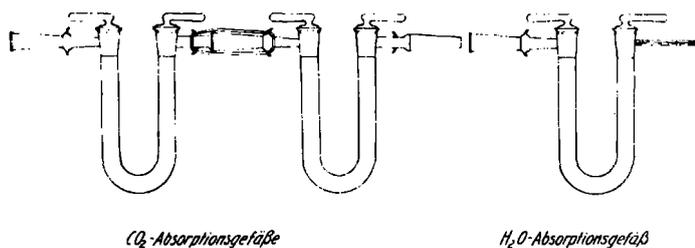


Abb. 3.

Zweckmäßig erschien es, die Gummiverbindungen auszuschalten und die drei Absorptionsgefäße, deren U-Form beibehalten wurde, mit Schliffen zu verbinden (s. Abb. 3). Die Schliffe sind lang genug, daß sie nicht durch Einfetten besonders abgedichtet zu werden brauchen. Mittels Haken und Gummiring werden die Rohre zusammengehalten. Die Schliffverbindung zwischen Wasserabsorptionsrohr und Ver-

brennungsrohr wurde jedoch wieder verlassen, um zu vermeiden, daß sich hier Wasser kondensiert.

Eine weitere Fehlerquelle dürfte in der Gummistopfenverbindung von Verbrennungsrohr und Wasserabsorptionsgefäß zu suchen sein. Es ist daher notwendig, das Verbrennungsrohr capillar zu verjüngen (s. Abb. 2) und einen Kupferdraht der letzten Kupferdrahtnetzrolle bis zum Ende der Capillare durchzuführen. Der Durchmesser des Ansatzrohres zum Wasserabsorptionsrohr (s. Abb. 3) wird genau so groß gewählt und ist ebenfalls capillar ausgebildet. Man verbindet beide Capillaren mit einem gut sitzenden, etwa 15 mm langen, glycerinierten Gummischlauch, so daß Glas an Glas stößt. Durch die Verjüngung des Rohres ist die Strömungsgeschwindigkeit des Sauerstoffstromes so groß, daß sich Wasser nur vorübergehend kondensiert. Man kann das quantitative Wasser übertreiben dadurch beschleunigen, daß man das Ansatzrohr mit einem Stückchen heißer Asbestpappe kurze Zeit erwärmt. Durch das Weiterleiten der Wärme mittels des Kupferdrahtes ist ein Absetzen des Wassers unter dem Gummischlauch ausgeschlossen. Als Füllmaterial der Absorptionsgefäße hat sich das Magnesiumperchlorat für Wasser und Natronasbest für Kohlensäure am besten bewährt. Das Wägen der Gefäße erfolgt wie üblich.

Auf Grund der Versuchsverbesserungen gelang es, die Fehlergrenze des O<sub>2</sub> + N<sub>2</sub>-Gehaltes als Differenzbestimmung auf  $\pm 0,15\%$  herabzusetzen, d. h. die Fehlergrenze konnte von 0,8% (zulässige Fehlergrenze aus der Summe der Komponenten C u. H<sub>2</sub>) auf die vorgenannte Differenz von  $\pm 0,15\%$  vermindert werden.

Nachstehend die durchgeführten Beleganalysen von Kraftstoffen, Ölen und deren Oxydationsprodukten.

I. Versuchsbestimmungen.

	Gefundener Wert		Theoretischer Wert	
	% H <sub>2</sub>	% C	% H <sub>2</sub>	% C
1 Benzoesäure .....	4,90	68,81	4,92	68,82
2 Toluol .....	8,68	91,27	8,70	91,90
3 Benzol .....	7,88	91,58	7,80	91,50
4 Xylol .....	9,50	90,49	9,51	90,49
5 Ceten .....	14,40	85,48	14,40	85,60
6 Cetan .....	15,08	85,04	15,14	84,86

II. Kraftstoffe.

	% H <sub>2</sub>	% C	% O <sub>2</sub> + N <sub>2</sub>		% H <sub>2</sub>	% C	% O <sub>2</sub> + N <sub>2</sub>
1	13,41	86,08	0,51	5	12,39	86,56	1,05
	13,47	86,06	0,47		12,48	86,52	1,00
2	10,12	89,93	20,95	6	9,91	89,78	0,33
	10,12	89,71	30,17		9,87	89,88	0,25
3	14,13	84,50	1,27	7	15,12	84,60	0,28
	14,19	84,51	1,30		15,10	84,60	0,21
4	12,71	85,67	1,62	8	14,07	83,99	1,94
	12,80	85,76	1,44		13,99	83,89	2,12

III. Öle und Rückstände.

	% H <sub>2</sub>	% C	% O <sub>2</sub> + N <sub>2</sub>		% H <sub>2</sub>	% C	% O <sub>2</sub> + N <sub>2</sub>
1	12,67	84,27	3,06	8	12,73	85,68	1,29
	12,69	84,28	3,09		12,88	86,04	1,18
2	12,85	86,48	0,67	9	3,62	96,20	0,18
	12,91	86,51	0,58		3,52	96,11	0,37
3	9,28	79,97	10,75	10	3,54	94,49	1,97
	9,12	79,81	11,07		3,59	94,44	1,97
4	11,90	84,94	3,16	11	3,47	95,97	0,56
	11,93	85,10	2,97		3,44	96,20	0,36
5	9,68	80,49	9,93	12	12,26	84,90	2,84
	9,87	80,63	10,00		11,83	85,21	2,96
6	13,07	86,13	0,20	13	12,31	88,80	3,89
	13,02	86,24	0,14		12,18	88,81	4,01
7	10,50	87,46	2,04	14	3,06	92,52	4,42
	10,43	87,59	1,98		2,95	92,31	4,74

[A. 5.]

ZUSCHRIFTEN

Verwendung von Urin in der Technik

Zu dem Aufsatz von A. Binz (Angew. Chem. 49, 355 [1936]) und den Ergänzungen (ebenda 50, 120 [1937]) möchte ich noch hinzufügen, daß der Urin auch in der Keramik noch bis in neuere Zeit Verwendung gefunden hat. So berichtet Cipriano Piccolpasso in seinen 1548 erschienenen „Tre libri dell'Arte del Vasajo“ (Neuausgabe von G. Vanzolini, Pesaro 1879), S. 40, man füge der weißen Glasur (Bianchetto), wenn

sie wieder warm wird, gekochten Wein hinzu; andre pissen hinein oder geben Orangensaft oder Honig mit Urin vermisch, dazu. Und in dem ohne Angabe des Verfassers herausgekommenen Werk „Völlig entdecktes Geheimniß der Kunst, Fayence, englisches Steingut, und ächtes Porcellain zu verfertigen“ (Leipzig 1793) wird ebenfalls mit Bezug auf die Fayenceglasur gesagt: „Verschiedene Brenner und Glasierer haben vor gut befinden wollen, wenn man Urin in die Glasur gießet“ (S. 52).

W. Ganzenmüller.