

## 492. R. Baumert: Zur vereinfachten Verbrennungsmethode nach Dennstedt.

[Aus dem Landw.-techn. Institut der Universität Breslau.]

(Eingegangen am 29. Juli 1907.)

Bei der von Dennstedt angegebenen Verbrennungsart machte ich die Beobachtung, daß bei Substanzen, die schwer verbrennbare Gase entwickeln, die Verbrennung leicht mißrät. In der nachfolgenden Modifikation glaube ich eine Methode gefunden zu haben, die einfacher und billiger ist.

1. Verwende ich denselben Ofen wie Professor Dennstedt, aber Röhren vom Durchmesser der gewöhnlichen Verbrennungsröhren, 18 mm; natürlich demgemäß auch Einsätze (11 mm) und Schiffchen von geringerem Umfang.

2. An Stelle des Platinquarzes verwende ich, wie bereits von E. Lippmann, Wien, angegeben ist, bei nicht halogenhaltigen Substanzen Kupferoxydasbest, bei halogenhaltigen Platinasbest. An Stelle des Bleisuperoxyds brauche ich Bleisuperoxydasbest und an Stelle von molekularem Silber Silberasbest.

3. Zur Absorption verwende ich dieselben Apparate wie Professor Dennstedt.

Die Herstellung der genannten Präparate geschieht wie folgt:

Für alle Präparate dient weicher, langfaseriger Asbest.

### Kupferoxydasbest.

Man tränkt in einer Porzellanschale Asbest mit einer 10-prozentigen Lösung von Kupfernitrat, trocknet auf dem Wasserbade und glüht die Masse dann in einem eisernen Tiegel. Durch Zerdrücken zwischen den Fingern macht man sodann den etwas zusammengebackenen Asbest wieder locker.

### Platinasbest (1.5 %).

10 Teile Asbest tränkt man mit einer Lösung von 0.34 g Ammoniumplatinchlorid, trocknet und glüht sodann.

### Bleisuperoxydasbest.

Man rührt in einem Mörser reines Bleisuperoxyd mit Wasser zu einem dünnen Brei an, bringt so viel Asbest hinein, daß er beim Durchrühren von der Masse gut durchdrungen wird und trocknet sodann im Wasserbade und Trockenschränke.

### Silberasbest (20 %).

10 Teile Asbest tränkt man mit einer Lösung von 3.1 g Silbernitrat in Wasser, die man mit so viel Ammoniak versetzt hat, daß

der entstehende Niederschlag sich gerade wieder löst. Man trocknet, bringt die Masse in ein Rohr von Kaliglas und reduziert in der Glühhitze im Wasserstoffstrom.

#### Bildung der Asbestschichten im Verbrennungsrohr.

Die Beschickung des Rohres geschieht am besten in der Weise, daß man in einem ca. 10 cm langen Rohr, welches dieselbe Weite hat wie das Verbrennungsrohr, etwas Asbest bringt, das Rohr mit dem einen Ende auf eine Platte aufsetzt und nun mit einem Glasstabe den Asbest mäßig zusammenpreßt, so daß ein lockerer Pfropfen von etwa 2 cm Länge entsteht. Nun setzt man das Rohr an das Verbrennungsrohr an, schiebt den Pfropfen mit dem Glasstabe hinein und bringt ihn an die Stelle, wo man den Beginn der Asbestschicht zu haben wünscht; man füllt nun noch Asbest nach, direkt ins Verbrennungsrohr, und drückt mit dem Glasstab zusammen, so daß die Schicht die nötige Länge erhält. Der Asbest darf nicht zu fest sitzen, da sonst der Sauerstoff schlecht durchgeht, aber auch nicht zu locker, da er sonst vom Sauerstoffstrom mitgerissen wird.

#### Beschickung des Rohres bei halogenfreien Substanzen.

Etwa in die Mitte des Rohres kommt eine 8 cm lange Schicht Kupferoxydasbest, 15–20 cm weiter nach vorn eine etwa 5 cm lange Schicht von Bleisuperoxydasbest, um die Stickoxyde zurückzuhalten; letztere bleibt für eine große Anzahl von Verbrennungen brauchbar.

#### Beschickung des Rohres bei halogenhaltigen Substanzen.

Da diese Substanzen häufig schwer verbrennen, so verwendet man am besten eine etwa 16 cm lange Schicht von Platinasbest als Verbrennungssubstanz, die man durch zwei Brenner zum Glühen erhitzt. Man kommt meistens mit einer 8 cm langen Schicht aus, bei der doppelten Schicht ist man jedoch viel weniger der Gefahr ausgesetzt, daß die Verbrennung durchgeht. In den vorderen Teil des Rohres bringt man zwei gewogene, ca. 7 cm lange Schiffchen mit Silberasbest. Die Beschickung der Schiffchen geschieht folgendermaßen: Man drückt die Schiffchen voll Silberasbest, mit der Vorsicht, daß nichts über den Rand hinausragt und glüht sie sodann aus; durch leichtes Blasen auf die heißen Schiffchen entfernt man dann etwaige lose sitzende Teilchen und läßt im Exsiccator erkalten. Durch das Ausglühen klebt der Asbest etwas zusammen, so daß er so fest im Schiffchen sitzt, daß keine Partikelchen vom Sauerstoffstrom mitgerissen werden können. Während der Verbrennung werden die Schiffchen zunächst am hinteren Ende durch eine kleine Flamme erhitzt; in dem Maße, wie man beobachtet, daß Halogen aufgenommen wird,

rückt man mit der Flamme vor. Die Erhitzung muß genügend hoch sein, damit alles Halogen aufgenommen wird.

#### Beschickung der Einsätze mit der Substanz.

Das Schiffchen mit der abgewogenen Substanz, bezw. das Glaskügelchen mit der Flüssigkeit wird in das hintere Ende des Einsatzes gebracht, dahinter kommt etwas ausgeglühter weißer Asbest, das vordere Ende wird mit Kupferoxydasbest, bezw. Platinasbest lose verstopft. Es ist notwendig, daß man für Verbrennungen mit Kupferoxydasbest oder Platinasbest besondere Einsätze benutzt.

#### Ausführung der Verbrennung.

Man leitet einen schwachen Strom von Sauerstoff durch das Rohr, erhitzt den Verbrennungsasbest zum Glühen und erhitzt den Bleisuperoxydasbest bezw. die Schiffchen mit Silberoxydasbest auf die nötige Temperatur (ca. 300°). Sollte sich im vorderen Teil des Rohres Wasser ansammeln, so entfernt man dieses durch Erwärmen. Nun verbindet man die Absorptionsapparate mit dem Rohr, bringt den Einsatz mit der Substanz in das Rohr, schiebt ihn bis auf 1 cm an die glühende Asbestschicht heran und beginnt mit der Vergasung der Substanz. Diese geschieht am besten so, daß man mit einer kleinen Flamme allmählich vom Anfang bis zum Ende des Einsatzrohres vorrückt und die Substanz zunächst verkohlt. Hierauf verbrennt man die gebildete Kohle durch Glühen von vorn nach hinten. Bei Substanzen, die viel schwer verbrennliche Kohle hinterlassen, benutzt man hinten offene Einsätze. Der Sauerstoffstrom soll so gehen, daß mindestens alle Sekunden eine Blase die Palladiumchlorürlösung passiert. Ob man zu schnell vergast, merkt man daran, daß viel Sauerstoff verbraucht wird. Die Gasblasen sollen nicht viel schneller die Trockenflasche hinten, als die Palladiumchlorürlflasche vorn passieren. Haben die Absorptionsapparate länger als 24 Stunden gestanden, so ist es notwendig, sie vor dem Wiegen mit Sauerstoff zu füllen. Die beiden Silberasbestschiffchen wiegt man zweckmäßig zusammen.

Für jemanden, der bereits die Dennstedtsche Verbrennungsmethode kennen gelernt hat, wird die vorstehende kurze Darstellung genügen. Einzelheiten findet man am besten durch Übung selbst heraus.