

Über Elementaranalyse auf elektrothermischem Wege

von

Prof. Dr. **Johann Oser** in Wien.

(Mit 1 Tafel.)

(Vorgelegt in der Sitzung am 9. October 1890.)

Bei technischen Untersuchungen von Steinkohlen machte sich im hiesigen Laboratorium schon öfter der Mangel fühlbar, dass die Berechnung der Verbrennungswärme einer Kohle aus der Elementar-Zusammensetzung derselben nur unsichere Resultate liefert, andererseits aber die zur directen calorimetrischen Bestimmung derselben verwendeten Apparate, wie solche von Favre und Silbermann, Scheurer-Kestner, Fischer, Schwachhöfer etc. angegeben wurden, complicirt und nebstbei auch sehr kostspielig sind. Bei der Betrachtung dieser Apparate kann man sich ausserdem des Gefühls nicht erwehren, dass die mittels derselben durchgeführte Verbrennung eine mehr oder weniger unvollständige sein müsse.

Will man mit denselben halbwegs verlässliche Resultate erhalten, so ist es nothwendig die Verbrennungsgase aufzusammeln, zu messen und einen aliquoten Theil derselben, behufs Ermittlung der Menge der unverbrannten Gase wie Kohlenoxydgas etc. zu analysiren respective die bei dem Versuch unverbrannt gebliebene Kohlenmenge zu bestimmen, um sie dann mit der ihnen zukommenden Verbrennungswärme in Rechnung bringen zu können. Dieser Übelstand veranlasste offenbar auch Frankland¹ und später Stohmann², die Verbrennung mit gebundenem Sauerstoff, wie zum Beispiel chlorsaurem Kali vorzu-

¹ Jahresber. d. Chemie, 1866, S. 732. — Chem. News, XIV, 126.

² Journ. prakt. Chemie, 19, 115.

nehmen, wobei natürlich die bei der Umsetzung des chloresauren Kali auftretenden Wärmetönungen in Rechnung gebracht werden müssen. Zur Erreichung desselben Resultates, i. e. einer vollständigen Verbrennung und gleichzeitigen calorimetrischen Messung der hiebei entwickelten Wärmemengen ist noch der Weg denkbar, dass man die Verbrennung unter Wärmezufuhr in der Weise durchführt, dass man diese durch Messung bestimmen kann. Als Mittel hiezu schien mir die Umwandlung von Elektrizität in Wärme geeignet. Die Lösung dieser Aufgabe zerfällt demnach in zwei Theile: 1. Durchführung der Elementaranalyse auf elektrothermischem Wege. 2. Calorimetrische Bestimmung der bei der Verbrennung entwickelten Gesamtwärme unter gleichzeitiger Messung der von Aussen mittelst Elektrizität zugeführten Wärme und Bestimmung der Verbrennungswärme der Substanz aus der Differenz.

Es soll nun in den folgenden Zeilen zunächst der erste Theil, i. e. die Elementaranalyse auf elektrothermischem Wege behandelt werden. Das Princip derselben besteht darin, dass mittelst isolirter Leitungen, welche durch Platindraht verbunden sind, die zur Zersetzung und Verbrennung der Substanz nothwendige Wärme innerhalb der Verbrennungsröhre selbst entwickelt wird. Nachdem vorläufige Versuche gezeigt hatten, dass dieser Weg durchführbar ist, wurde nach wiederholt vorgenommenen Abänderungen eine Anwendung des Apparates gefunden, welche die Ausführung von Elementaranalysen mit demselben Grade der Genauigkeit wie bei den bis jetzt üblichen Methoden ermöglicht.

Die Verbrennung wird im Sauerstoffstrom in gewöhnlichen Röhren aus Kaliglas vorgenommen. Als Elektrizitätsquelle fanden 8 Stück Accumulatoren Verwendung. Die Capacität derselben beträgt 130 Ampères Stunden, während der Entladung beträgt die elektromotorische Kraft einer Zelle 2 Volts. Der Strom tritt an der vorderen den Absorptionsapparaten zugewendeten Seite durch vier 3 mm dicke und $12\frac{1}{2}$ respective 14.7 cm lange Kupferstäbe in das Innere der 58 cm langen Glasröhre.

Diese Leitungen gehen gasdicht durch einen die Röhre abschliessenden Kautschukstöpsel, durch welchen auch die 5 mm dicke gläserne Entbindungsröhre hindurchgeführt ist. Die Kupfer-

stäbe sind innerhalb der Röhre mit vier 2.5 mm dicken Platinstäben verbunden, von denen das eine Paar die Länge von 7 cm , das andere von 24.5 cm besitzt.

Auf jedem der Kupfer- und Platinstäbe sind an deren einander zugekehrten Enden auf 0.8 cm Länge Schraubengänge aufgeschnitten; mittelst einer circa 2 cm langen kupfernen Röhre, von einem lichten Durchmesser von 3 mm , in welche im Innern ebensolche Schraubengänge eingeschnitten sind, wird die Verbindung von je einem Kupfer- und Platinstab hergestellt.

Jedes Paar der Platinstäbe ist mit einem 1 mm dicken Platindraht in leitender Verbindung. Diese wird dadurch hergestellt, dass die entsprechenden Enden der Platinstäbe durch Hämmern ausgeplättet und durch Quetschen mit einer Zange um die Platindrähte fest herumgelegt werden; der eine derselben, 40 cm lang, ist an seinen beiden Enden mit den 7 cm langen Paar der Platinstäbe in der Weise verbunden, dass dadurch eine 20 cm lange Schlinge gebildet wird; der zweite ebenfalls 40 cm lange Platindraht wird an seinen beiden Enden mit dem 24.5 cm langen Paar der Platinstäbe verbunden und hierauf unmittelbar nach der Verbindungsstelle über einer Glasröhre zu einer in sich selbst zurückkehrenden 7.5 cm langen Doppelspirale mit einem inneren Durchmesser von 13 mm aufgerollt.

Bei der angegebenen Länge der beiden Paare der Platinstäbe beginnt daher an der Stelle, bis zu welcher die Platinschlinge reicht, die Platindoppelspirale. Die letztere ist dazu bestimmt, das mit der zu verbrennenden Substanz beschickte Porzellanschiffchen aufzunehmen. Diese Anordnung ermöglicht, den Strom zu Beginn der Operation zuerst nur durch die Schlinge gehen zu lassen und dadurch, wie bei einer gewöhnlichen Verbrennung, nur den vorderen Theil der Röhre zu erhitzen, später dann mittelst Durchleiten eines zweiten Stromes durch die Spirale die Substanz selbst stärker zu erwärmen und die Verbrennung zu beschleunigen, respective zu vollenden. Um die vier nebeneinander laufenden Leitungen von einander sicher zu isoliren, besonders aber um das Gemisch von Sauerstoff und der Zersetzungsproducte der organischen Substanz zu zwingen, in nächster Nähe der glühenden Platinschlinge zu passiren, sind die Stromleitungen in einen 18.5 cm langen, 1.7 cm dicken Porzellan-

cylinder eingelagert, der vier durchlaufende Canäle besitzt; durch zwei derselben, 4 mm weit, gehen die beiden Platinstäbe, die am Ende des Porzellancylinders mit der Doppelspirale in Verbindung stehen. Der Raum zwischen den Platinstäben und den Canalwandungen ist mit mehlfein gepulvertem Kupferoxyd ausgefüllt; damit dasselbe bei verticaler Stellung der Röhre nicht herausfällt, sind die Enden dieser zwei Canäle mit platinirtem Asbest verlegt. — Durch die anderen zwei circa 3 mm weiten Canäle sind die Drähte der Platinschlinge hindurchgeführt, der Zwischenraum zwischen diesen und den Canalwandungen blieb bei den ersten Versuchen frei, wurde aber bei den späteren so mit mittelgrob gekörntem Kupferoxyd ausgefüllt, dass die Gase wie früher durch diese Canäle passiren konnten. — Der Porzellancylinder ist an seinen Enden mit feiner Glaswolle, welche früher mit mehlfein gepulvertem Kupferoxyd bestreut wurde, umwickelt; mit eben solchem Kupferoxyd ist auch der Zwischenraum zwischen dem Porzellancylinder und der Verbrennungsröhre ausgefüllt. Die Gase finden daher ihren Weg nur durch die zwei mit gekörntem Kupferoxyd gefüllten Canäle an der während der Verbrennung glühenden Platinschlinge vorüber, wodurch deren vollständige Verbrennung gesichert wird. — Hinter der Platinspirale, welche das Porzellanschiffchen aufzunehmen hat wird in das Verbrennungsrohr von rückwärts ein Porzellancylinder, der aber nur 8·2 cm lang ist, eingeschoben. Dieser rückwärtige Porzellancylinder hat sonst dieselben Dimensionen wie der vordere, besitzt aber nur drei Canäle; durch zwei derselben ist wieder eine Platinschlinge aus 1 mm dicken Platindraht, mit körnigem Kupferoxyd umgeben, geführt, durch den dritten 8 mm weiten Canal geht eine 4·5 mm starke Kupferröhre hindurch, durch welche der zur Verbrennung nothwendige Sauerstoff zugeführt wird.

Der Porzellancylinder selbst ist ans einem der Spirale zugewendeten Ende mit Glaswolle, welche in feinem Kupferoxyd gewälzt wurde, so umgeben, dass dieselbe dicht an die Verbrennungsröhre anschliesst. Dieser rückwärtige Porzellancylinder hat denselben Zweck, wie der bei gewöhnlichen Verbrennungen hinter dem Schiffchen eingeschobene Pfropf aus oxydirtem Kupferdraht-Gewebe.

Die rückwärtige Platinschlinge ist wie die vordere in der früher beschriebenen Weise zunächst an zwei kurze Platinstäbe und diese an zwei Kupferstäbe befestigt, welche letztere mit der Kupferröhre gasdicht durch den die Verbrennungsröhre rückwärts abschliessenden Kautschukstöpsel hindurchgehen. Damit an der Stelle des Eintrittes der Gase in die Canäle des vorderen Porzellancylinders ein entsprechender Überschuss von Sauerstoff gesichert werden könne, ist es nothwendig, das Sauerstoff zuführende Rohr bis zu diesem Punkte reichen zu lassen; da aber bei den beschränkten Dimensionen der Platinspirale eine Berührung der vor- und rücklaufenden Windungen mit dem Kupferrohr nur schwer zu vermeiden wäre, reicht dasselbe nur etwas über das Ende des rückwärtigen Porzellancylinders hinaus und ist von hier an über dasselbe ein Glasrohr geschoben, welches nach vorne zu dünner ist, um nebst dem Porzellanschiffchen innerhalb der Spirale Platz zu finden. Die Befestigung des Glasrohres an den Kupferrohr wird durch Umwickeln des letzteren mit Glaswolle bewirkt. Damit ferner Sauerstoff auch von rückwärts her durch die Canäle des hinteren Porzellancylinders streicht, ist in das Kupferrohr nahe an dem rückwärtigen Kautschukstöpsel eine kleine Öffnung eingebohrt, welche innerhalb des Verbrennungsrohres liegt. Um ein und dieselbe Verbrennungsröhre für möglichst viele Operationen benützen zu können, dürfen die Windungen der Platinspirale den Wänden der Verbrennungsröhre nicht anliegen; es ist daher über die ganze Länge der Spirale eine Röhre aus Kaliglas geschoben, welche sammt der Spirale in das Verbrennungsrohr eingeführt werden kann. — Um die innerhalb der Verbrennungsröhre laufenden Leitungen, so weit sich dieselben nicht innerhalb der Porzellancyylinder befinden, stets isolirt zu halten, sind an dem vorderen Ende über zwei, an dem rückwärtigen ebenfalls über zwei derselben Glasröhren gezogen, welche von der inneren Seite der Kautschukstöpsel bis an die Cylinder reichen; dadurch wird es zugleich ermöglicht, die Cylinder sammt den Leitungen in die Verbrennungsröhre einzuschieben, ohne dass dabei die Platinschlingen über die der Spirale zugekehrten Enden der Porzellancyylinder hervortreten. — Bei einer durchzuführenden Verbrennung wird aus dem Inneren der hochehitzen Röhre durch

die gut leitenden Kupferstäbe so viel Wärme abgeleitet, dass dieselben auch ausserhalb der Stöpsel noch so heiss sind, dass man sie kaum mit den Fingern berühren kann. Es sind daher an dem vorderen Ende der Röhre um die vier Kupferstäbe mittelst kurzer Kautschukröhrchen ebensoviel etwas weitere Glasröhren befestigt, deren jedes nahe dem Ende seitlich zwei kurze angeschmolzene Glasröhrchen besitzt. Durch vier Kautschuckschläuche werden sechs dieser Ansatzstücke so miteinander verbunden, dass die Innenräume der vier Glasröhren miteinander in Communication gesetzt sind. Durch die zwei freigebliebenen Ansatzstücke lässt man mittelst Kautschukschläuchen Wasser zu-, respective abströmen, wodurch man die Kupferstäbe bis in den Kautschukstöpsel hinein so weit kühlen kann, dass dieser durchaus nicht leidet. An dem rückwärtigen Ende sind für das Kupferrohr und die zwei Kupferstäbe drei solcher Kühlröhren angebracht. Statt der Kautschukstöpsel wurde anfangs versucht, solche aus Asbestpappe anzuwenden. Die im Handel vorkommenden, welche durch Zusammenrollen eines Bandes von Asbestpappe hergestellt sind, schliessen jedoch sehr schlecht. Im Laboratorium aus Scheiben von Asbestpappe hergestellte Stöpsel gaben wohl beinahe vollständigen Schluss, hatten aber nebstbei fast gar keine Elasticität und wurden bei öfterer Verwendung durch die nie ganz zu vermeidenden Bewegungen der Kupferstäbe immer undichter; hoffentlich gelingt es, dennoch gut schliessende Stöpsel, welche auch hohe Temperaturen auszuhalten vermögen, herzustellen. Die Anordnung des Apparates ist aus der beiliegenden Zeichnung, in welcher jedoch der Deutlichkeit wegen die innerhalb der Verbrennungsröhre zur Isolirung der Leitungen angebrachten Glasröhren weggelassen sind, ersichtlich. Die Zusammenstellung des Apparates behufs Durchführung einer Verbrennung erfolgt in folgender Weise:

Es wird zunächst der Platindraht, welcher die vordere Schlinge zu bilden hat, an den entsprechenden Platinstab befestigt und hierauf das freie Ende des Drahtes durch einen der engeren Canäle des längeren Porcellancylinders hindurchgeführt, dann umgebogen, durch den zweiten engeren Canal zurückgeschoben und nun mit dem anderen entsprechenden Platinstabe verbunden. Die engeren Canäle werden nun an einem Ende mit

etwas größeren Stücken von Kupferoxyd verkeilt, hierauf mit körnigem Kupferoxyd vollgefüllt und, um das Herausfallen zu hindern, auch am anderen Ende wie früher verkeilt.

Der Platindraht für die Spirale wird an seinen beiden Enden mit den zwei längeren Platinstäben verbunden und diese durch die zwei weiteren Canäle des Porcellancynders hindurchgesteckt und der freie Raum zwischen den Stäben und den Canal-Wandungen mit feinem Kupferoxyd ausgefüllt, wobei zum Verschluss der beiden Enden der Canäle platinirter Asbest benützt wird; der Platindraht, der nun eine ausserhalb des Cylinders liegende Schlinge bildet, wird nun über ein Glasrohr von entsprechenden Dimensionen zu einer Doppelspirale aufgerollt und über diese das Schutzrohr aus Kaliglas geschoben. Es werden hierauf das Gasentbindungsröhr, sowie die vier vorderen Kupferstäbe durch die entsprechenden Bohrungen des Kautschukstöpsels durchgetrieben, dann über den nach aussen stehenden Enden der letzteren der Kühlapparat angebracht; mittelst der kupfernen Schraubenhülse werden nun die entsprechenden Kupfer- und Platinstäbe mit einander in Verbindung gesetzt. Der so armirte Porzellancynder wird, nachdem derselbe vorher an seinem der Spirale zugekehrten Ende mit Glaswolle so umwickelt wurde, dass er sich in der Verbrennungsröhre ziemlich leicht verschieben lässt, in verticaler Stellung, in die letztere so weit eingeführt, dass nur mehr circa 4 *cm* aus derselben herausragen, der Zwischenraum zwischen Cylinder und Röhre bis auf 1 *cm* von oben mit feinem Kupferoxyd vollgefüllt, der herausstehende Theil mit Glaswolle umwickelt und der Cylinder successive in die Verbrennungsröhre so weit eingeschoben, bis der Kautschukstöpsel bis zum vollständigen Schluss eingetrieben ist. Es wird nun die Verbrennungsröhre in eine circa 5·5 *cm* weite und 40 *cm* lange Glasröhre, welche mit Stöpseln aus Asbestpappe versehen ist, die eine Öffnung zum leichten Durchgang des Verbrennungsrohres besitzen, eingeschoben. Diese weitere Glasröhre dient einerseits zum Schutz des Verbrennungsrohres gegen kalte Luftströmungen, anderseits gegen Belästigung des Experimentators durch Hitze. Auf ganz dieselbe Weise wird auch der rückwärtige kurze Porcellancynder armirt und in die Verbrennungsröhre eingeführt. Es werden nunmehr die Ver-

bindungen der Wasserleitung mit dem vorderen und rückwärtigen Kühlapparat hergestellt, die Leitungen zu den Accumulatoren vorbereitet und an das Entbindungsrohr der Verbrennungsröhre ein ungewogenes Chlorcalciumrohr vorgelegt. Indem man die Kupferstäbe der vorderen Platinschlinge successive mit einer Batterie aus 2, 3, 4 hintereinandergeschalteten, die rückwärtigen mit zwei ebenso geschalteten Accumulatoren in Verbindung bringt und getrockneten Sauerstoff durch die Röhre leitet, wird das Wasser aus der Röhre vollständig ausgetrieben, respective werden etwaige kohlenstoffhaltige Verunreinigungen des Röhreninhaltes oxydirt. Schliesslich lässt man zu demselben Zweck auch durch die Platinspirale einen so starken Strom gehen, dass dieselbe in starkes Glühen kommt. Diese Operation nimmt etwa 20 Minuten in Anspruch. Es werden jetzt alle Verbindungen mit den Accumulatoren ausgeschaltet, der Sauerstoffstrom beinahe abgestellt und die Röhre durch ungefähr 30 Minuten abkühlen gelassen. Der Apparat ist nun zur Durchführung einer Verbrennung hergerichtet. Nach Vorlage der gewogenen Absorptions-Apparate und einer mit etwas concentrirter Schwefelsäure gefüllten Kugelglasröhre, um den Gang des Gasstromes beobachten zu können, wird der rückwärtige Porzellancyylinder herausgezogen, das Porcellanschiffchen mit der gewogenen Substanz in die Spirale eingeführt und der Porzellancyylinder wieder in die Verbrennungsröhre so weit eingeschoben, dass der vollständige Verschluss erreicht ist. Man stellt jetzt wieder die Verbindung mit dem Sauerstoff-Gasometer her, lässt einen stärkeren Sauerstoffstrom durch die Röhre streichen und leitet zuerst durch die vordere dann durch die rückwärtige Platinschlinge successive einen immer stärkeren Strom, bis beide stark glühen. Es beginnt damit die theilweise Zersetzung und Verbrennung der Substanz; wird durch die von den Platinschlingen producirte Wärme keine weitere Veränderung mehr erzielt, so lässt man nun auch den Strom von einem Accumulator durch die Platinschlinge gehen, der Effect davon ist wenigstens bei der Verbrennung von Zucker, beinahe augenblicklich bemerkbar und braucht man daher auch um diese Zeit, der rasch vorschreitenden Zersetzung wegen, einen besonders lebhaften Sauerstoffstrom, wenn nicht Mangel an demselben eintreten soll. Verläuft die Zersetzung zu rasch, so wird

der Strom für die Spirale wieder so lange unterbrochen, bis dieselbe sich wieder mässigt. Es wird so unter wiederholtem Ein- und Ausschalten der durch die Spirale geschickte Strom bei schliesslicher Verwendung von 3—4 Accumulatoren für dieselbe so verstärkt, dass die Condensationsproducte, welche sich um die Windungen der Spirale herum an die Schutzglasröhre angehängt haben und auch die zurückgebliebene Kohle vollständig verbrannt werden. Man lässt nunmehr statt Sauerstoff Luft durch die Röhre gehen und hat nur noch das in der Entbindungsröhre durch die Wirkung der Kühlapparate in beträchtlichem Masse condensirte Wasser in das Chlorcalciumrohr zu treiben. Zu diesem Zweck löst man die Verbindung der Kühlapparate mit der Wasserleitung und stellt die Communication derselben mit einem Gefäss her, welches kochendes Wasser enthält. Es wird zudem ein Streifen aus dünnem Kupferblech, dessen Breite etwas grösser ist als der Durchmesser der Entbindungsröhre und der nahezu über die ganze freistehende Länge der letzteren reicht, um diese herumgelegt und an der ausserhalb des Kühlapparates liegenden Partie mit einer kleinen Flamme erhitzt. In kurzer Zeit ist das gesammte Wasser in das Chlorcalciumrohr getrieben und ist, wenn am Ausgangspunkt der Absorptionsapparate Luft auftritt, die Operation beendigt. — Wird nach der Abnahme der Absorptionsapparate ein bereit gehaltenes zur Hälfte mit Natronkalk, zur Hälfte mit Chlorcalcium beschicktes Rohr vorgelegt, so kann der Apparat nach beliebig langer Zeit ohne weitere Vorbereitung sofort wieder zu einer Verbrennung benützt werden.

Als Material für die Durchführung der Versuche wurde zuerst eine Steinkohle, deren Zusammensetzung früher im hiesigen Laboratorium ermittelt worden war, später Kandiszucker verwendet.

Verbrennung von Steinkohle.

Die verwendete Steinkohle ergab nach der gewöhnlichen Methode der Elementaranalyse folgende Zusammensetzung:

C.....	80·77%
H.....	3·59%
Asche ..	11·66%
Wasser.	0·65%

Bei der Analyse nach der vorbeschriebenen Methode, wobei aber die Canäle der Platinschlinge nicht mit körnigem Kupferoxyd gefüllt waren und auch auf das Kupferrohr keine Glasröhre aufgesetzt war, so dass der Sauerstoff nur hinter dem Porzellanschiffchen eingeleitet werden konnte, wurden folgende Resultate erhalten:

I. Verbrennung.

Genommene Substanz 0·2464 g.

Bei der Verbrennung erhalten:

 $\text{H}_2\text{O} \dots 0\cdot1183 \text{ g}$ $\text{CO}_2 \dots 0\cdot7309 \text{ g}$

Es ergeben sich daher nach Abzug des in der Kohle vorhandenen Wassers i. e. 0·0016 g:

 $\text{H}_2\text{O} \dots 0\cdot1167 \text{ g}$ entsprechend $0\cdot01296 \text{ g H} = 5\cdot26\% \text{ H}$ $\text{CO}_2 \dots 0\cdot7309 \text{ g}$ „ $0\cdot1993 \text{ g C} = 80\cdot90\% \text{ C}$.

Gefundene Asche 0·0298 g = 12·09% Asche.

II. Verbrennung.

Genommene Substanz 0·2405 g.

Bei der Verbrennung erhalten:

 $\text{H}_2\text{O} \dots 0\cdot0849 \text{ g}$ $\text{CO}_2 \dots 0\cdot7090 \text{ g}$

Es ergeben sich daher nach Abzug des in der Kohle vorhandenen Wassers i. e. 0·0016 g:

 $\text{H}_2\text{O} \dots 0\cdot0833 \text{ g}$ entsprechend $0\cdot00926 \text{ g H} = 3\cdot85\% \text{ H}$ $\text{CO}_2 \dots 0\cdot7090 \text{ g}$ „ $0\cdot19336 \text{ g C} = 80\cdot40\% \text{ C}$.

Gefundene Asche 0·0281 g = 11·68% Asche.

III. Verbrennung.

Genommene Substanz 0·2424 g.

Bei der Verbrennung erhalten:

 $\text{H}_2\text{O} \dots 0\cdot0674 \text{ g}$ $\text{CO}_2 \dots 0\cdot7074 \text{ g}$

Es ergeben sich daher nach Abzug des in der Kohle enthaltenen Wassers i. e. $0\cdot00158\text{ g}$:

$\text{H}_2\text{O} \dots 0\cdot06582\text{ g}$ entsprechend $0\cdot0073\text{ g H} = 3\cdot02\% \text{ H}$

$\text{CO}_2 \dots 0\cdot7074\text{ g}$ „ $0\cdot19293\text{ g C} = 79\cdot59\% \text{ C}$.

Gefundene Asche $0\cdot0292\text{ g} = 12\cdot05\% \text{ Asche}$.

IV. Verbrennung.

Genommene Substanz $0\cdot2441\text{ g}$.

Bei der Verbrennung erhalten:

$\text{H}_2\text{O} \dots 0\cdot0737\text{ g}$

$\text{CO}_2 \dots 0\cdot7174\text{ g}$.

Es ergeben sich daher nach Abzug des in der Kohle enthaltenen Wassers i. e. $0\cdot00159\text{ g}$:

$\text{H}_2\text{O} \dots 0\cdot0721\text{ g}$ entsprechend $0\cdot008011\text{ g H} = 3\cdot28\% \text{ H}$

$\text{CO}_2 \dots 0\cdot7174\text{ g}$ „ $0\cdot19565\text{ g C} = 80\cdot15\% \text{ C}$.

Gefundene Asche $0\cdot0285\text{ g} = 11\cdot67\% \text{ Asche}$.

Das in der Kugel des Chlorcalcium-Rohres angesammelte Wasser zeigte bei diesen Verbrennungen eine etwas gelbliche Farbe.

Es wurden daher die folgenden Verbrennungen von Rohrzucker so vorgenommen, dass auf das Kupferrohr das beschriebene Glasrohr aufgesetzt wurde und daher ein Theil des Sauerstoffes sich erst bei dem vorderen Porzellancyylinder mit der Zersetzungsproduction der Substanz mischen konnte.

Verbrennung von Rohrzucker.

Theorie

$\text{C} \dots 42\cdot105\%$

$\text{H} \dots 6\cdot43\%$

I. Verbrennung.

Genommene Substanz $0\cdot459\text{ g}$.

Bei der Verbrennung erhalten:

$\text{H}_2\text{O} \dots 0\cdot2641\text{ g}$ entsprechend $0\cdot02934\text{ g H} = 6\cdot39\% \text{ H}$

$\text{CO}_2 \dots 0\cdot7035\text{ g}$ „ $0\cdot191863\text{ g C} = 41\cdot80\% \text{ C}$.

II. Verbrennung.

Genommene Substanz 0·456 g

Bei der Verbrennung erhalten:

H₂O...0·2624 g entsprechend 0·02915 g H = 6·39% H
 CO₂...0·6963 g „ 0·1899 g C = 41·64% C.

III. Verbrennung.

Genommene Substanz 0·4522 g.

Bei der Verbrennung erhalten:

H₂O...0·2692 g entsprechend 0·02991 g H = 6·61% H
 CO₂...0·6886 g „ 0·1878 g C = 41·53% C.

Bei diesen Verbrennungen waren die Canäle der Platinschlinge ganz frei. Das im Chlorecalciumrohr condensirte Wasser war hiebei stark gelb gefärbt und wurden daher für die folgenden Verbrennungen die Canäle mit körnigem Kupferoxyd ausgefüllt.

IV. Verbrennung.

Genommene Substanz 0·4466 g.

Bei der Verbrennung erhalten:

H₂O...0·2663 g entsprechend 0·02958 g H = 6·62% H.
 CO₂...0·6962 g „ 0·18987 g C = 42·51% C.

V. Verbrennung.

Genommene Substanz 0·4402 g.

Bei der Verbrennung erhalten:

H₂O...0·2555 g entsprechend 0·02838 g H = 6·45% H
 CO₂...0·6872 g „ 0·18742 g C = 42·57% C.

VI. Verbrennung.

Genommene Substanz 0·440 g.

Bei der Verbrennung erhalten:

H₂O...0·2515 g entsprechend 0·02794 g H = 6·35% H
 CO₂...0·6861 g „ 0·18712 g C = 42·53% C.

durch dieselben ebenfalls beobachtet werden kann, die Verwendung von Platinmohr an Stelle von Kupferoxyd, endlich Ersatz des gläsernen Entbindungsrohres durch ein Platinröhrchen. Es möchten die Bemühungen an Stelle der gewöhnlichen erprobten Methoden der Elementaranalyse eine neue zu setzen überflüssig erscheinen, die beschriebene Methode scheint mir aber so viele Vortheile zu haben, dass eine weitere Ausbildung derselben gerechtfertigt sein dürfte. Ein Vortheil derselben ist es, dass der Experimentator selbst in den heissesten Sommertagen von der Hitze des Apparates gar nicht zu leiden hat, dass man ferner die Erhitzung des Verbrennungsrohres durch Aus- und Einschalten von Accumulatoren respective, von Widerständen weitaus besser reguliren kann, als dies bei gewöhnlichen Verbrennungen der Fall ist, da bei der elektrothermischen Methode die beabsichtigte Wirkung beinahe augenblicklich erreicht wird, während dieselbe beim Anzünden oder Auslöschen von Gasflammen im Verbrennungssofen viel länger auf sich warten lässt.

Der Apparat sieht zwar etwas complicirt aus, hat man denselben aber einmal zusammengestellt, so ist er für lange Zeit verwendbar. Mir ist zwar anfangs die Verbrennungsröhre einigemal gebrochen, die beiden armirten Porzellancyylinder haben aber alle Versuche überdauert; sind diese aber intakt geblieben, so braucht man zur Herrichtung des Verbrennungsrohres kaum längere Zeit als bei der gebräuchlichen Elementaranalyse. Die Dauer einer Operation ist eine verhältnissmässig kurze, vom Zeitpunkt der Vorlage der Absorptions-Apparate nahm dieselbe von $\frac{5}{4}$ — $\frac{3}{4}$ Stunden in Anspruch. — Diese Methode ermöglicht endlich, die während der Verbrennung zugeführte Wärme zu messen und wird dies, wie ich glaube, mit einem solchen Grad der Genauigkeit möglich sein, dass man diesen Weg zur Bestimmung der Verbrennungswärme nicht blos von Brennmaterialien im engeren Sinne, sondern auch jener von sonstigen kohlenstoffhaltigen und anderen Verbindungen wird benützen können. Es dürfte ferner bei Anwendung dieses Principis auch erreichbar sein, die Zersetzungswärme von kohlenstoffhaltigen Materialien und Verbindungen zu bestimmen. Die Verwerthung der Methode zur Bestimmung der Verbrennungswärme möchte ich mir vorbehalten.

Zum Schlusse möchte ich noch der wirksamen Hilfe, welche mir mein gewesener Assistent, Herr Anton Friedreich, in den ersten Stadien dieser Arbeit geleistet hat, sowie des freundlichen Entgegenkommens, welches der Director der Firma Siemens und Halske, Herr Dr. Richard Fellingner bei den wiederholt nothwendigen Ladungen meiner Accumulatoren bewiesen hat, dankend erwähnen.
