

Sonderabdruck aus Band XXXIV, Heft 2, 1948, der
MIKROCHEMIE vereinigt mit **MIKROCHIMICA ACTA**

Schriftleitung:

A. A. Benedetti-Pichler, New York, *F. Schneider*, New York, und *M. K. Zacherl*, Wien
Springer-Verlag in Wien

Alle Rechte vorbehalten

Aus dem Medizinisch-chemischen Institut der Universität Graz.

**Notiz zur Verwendung von Kohlensäureschnee für die
Stickstoffbestimmung nach Dumas-Pregl.**

Von

W. Schöniger.

Mit 1 Abbildung.

(Eingelangt am 20. Januar 1949.)

Für die Mikro-Stickstoffbestimmung nach *Dumas-Pregl* wurde schon öfter die Verwendung von Kohlensäureschnee zur Entwicklung des Kohlendioxyds an Stelle des *Kippschen* Apparats vorgeschlagen und mit Erfolg verwendet.

Nach *E. B. Hershberg* und *G. W. Wellwood*¹ wird fein zerstoßener Kohlensäureschnee in ein *Dewar*-Gefäß gegeben und dieses mit einem einfach durchbohrten Gummistöpsel verschlossen, in welchem ein T-Rohr aus englumigem dickwandigem Glas eingesetzt ist. An einer Seite dieses T-Stückes ist ein offenes Quecksilbermanometer angeschlossen, welches an einer bestimmten Stelle seitlich mit einer Papiermembran versehen ist. Diese hat die Aufgabe, bei einem bestimmten Überdruck (ungefähr 20 mm Hg) das überschüssige Kohlendioxyd entweichen zu lassen. An der zweiten Seite des T-Rohres ist das Verbrennungsrohr unter Zwischenschaltung eines Hahnes angeschlossen.

*W. Zimmermann*² hat diese Vorrichtung verbessert, indem er beim Manometer an Stelle der Papiermembran zwei hintereinander geschaltete Jenaer Glasfritten (Nr. 2 oder 3) verwendet. Zwischen beiden befindet sich Jodkohle, ebenso ist der offene Schenkel des Manometers mit Jodkohle abgedichtet, um jegliches Entweichen von Quecksilberdampf zu verhindern.

Seit geraumer Zeit wird im hiesigen Mikrolaboratorium das für die Stickstoffbestimmung nach *Dumas-Pregl* nötige Kohlendioxyd ebenfalls aus Kohlensäureschnee entwickelt. Da ein einmal gefülltes *Dewar*-Gefäß innerhalb weniger Tage aufgebraucht werden muß, wird man dieses Verfahren nur anwenden, wenn eine Serie von Stickstoffbestimmungen durchzuführen ist, wie auch schon *Zimmermann*² angibt.

Zum Einstellen eines Überdruckes von 15 bis 20 mm Quecksilbersäule wird die in der Abbildung gezeigte einfache Vorrichtung verwendet.

Die eine Seite des T-Rohres ist zu einer haarfeinen Kapillare ausgezogen, an der anderen Seite ist wie üblich ein Hahn angeschmolzen, dessen Küken in bekannter Weise zur Feineinstellung seitlich mit Einkerbungen versehen ist. Die Kapillare wird wie folgt hergestellt: Das Glasrohr wird in der Gebläseflamme zuerst unter schwachem Druck bei stetigem Drehen verdickt, bis der innere Durchmesser des Rohres ziemlich

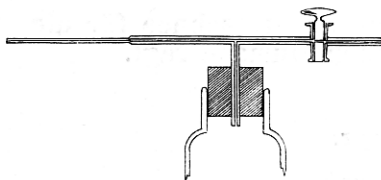


Abb. 1.

verengt, aber noch deutlich erkennbar ist. Dann wird das Rohr aus der Flamme entfernt und unter ständigem Drehen zu einer engen Kapillare ausgezogen, welche ungefähr 100 bis 120 mm lang sein soll.

Zur Einstellung der Kapillare wird nun, nachdem man das Dewar-Gefäß (eine handelsübliche Thermosflasche mit engem Hals und 500 oder 750 ccm Inhalt) mit zerstoßenem Kohlensäureschnee gefüllt hat, der Entwickler an ein offenes Quecksilbermanometer angeschlossen. Man wartet einige Zeit ab, bis der Druckausgleich erfolgt ist. Ist der angezeigte Überdruck höher als 20 mm, so wird die Kapillare so lange verkürzt, bis sie gerade für den geforderten Überdruck stauend wirkt. Nach zweistündigem Stehen ist das entwickelte Kohlendioxyd luftfrei. Wie schon *W. Zimmermann*² mitteilt, ist es zweckmäßig, den Entwickler am Abend vor einer Analysenserie mit Kohlensäureschnee zu füllen, so daß am nächsten Tag sofort mit den Bestimmungen begonnen werden kann. Eine mit Kohlensäureschnee gefüllte, 500 ccm fassende Thermosflasche reicht je nach der Güte des Vakuums des Gefäßes für 2 bis 3 Tage.

Literatur.

¹ *E. B. Hershberg* und *G. W. Wellwood*, Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 9, 303 (1937).

² *W. Zimmermann*, Mikrochem. 31, 42 (1943).