1 cc einer Lösung von 0,5 g salpetrigsauren Kalis in 1 Liter Wasser wurde zu 100 cc Wasser gefügt. Diese Flüssigkeit, welche also 0,0005 g des Nitrits enthielt, wurde mit Essigsäure versetzt und in eine kleine Retorte gebracht, welche mit einer Vorlage verbunden war, in der sich eine Mischung von 9 cc Eisessig und 1 cc des oben genannten Reagens (eine Lösung von 0,01 g Fuchsin in 100 cc Eisessig) befand. Einige Tropfen des Destillates genügten, um in der Vorlage den beschriebenen Farbenwechsel hervorzubringen.

Kaliumpermanganat und Chromsäure als Absorptionsmittel für Stickoxyd.

Von

Dr. C. Böhmer.

Zur Zeit mit der Bestimmung der Eiweissstoffe und nicht eiweissartigen Stickstoffverbindungen in Gemüsearten beschäftigt, bin ich auch der Frage näher getreten, ob nicht die von R. Sachsse und W. Kormann*) angegebene Methode zur Bestimmung der Amidosäuren einer Vereinfachung fähig ist. Die Methode basirt bekanntlich auf der Umsetzung der salpetrigen Säure mit Monamiden und führt bei den aromatischen Verbindungen zur Classe der Diazokörper. In wässriger Lösung, und bei den Fettkörpern überhaupt, liefert das aus dem Amid entbundene Stickgas ein Maass für die Menge der Amidosubstanz. Zur Absorption des aus der salpetrigen Säure sich entwickelnden Stickoxyds benutzte man bisher Eisenvitriollösung**) oder man bediente sich zu seiner Entfernung des noch viel weniger handlichen Sauerstoffs. Abgesehen von anderen Mängeln braucht man aber von ersterer für einen einzigen Versuch ungewöhnlich grosse Portionen. Kern***) gibt an, dass er nach einem schon etwas abgeänderten Verfahren »nur« ein Liter gesättigter Lösung bedürfe. Von dem Sauerstoff ist bekannt, wie ausserordentlich schwer er chemisch rein, besonders frei von Stickstoff, zu erhalten ist, noch schwie-

*) Diese Zeitschrift 14, 380.

**) Aus No. 48 des Jahrgangs 1881 der Chemiker-Zeitung S. 916 geht hervor, dass G. Lunge Kaliumpermanganat bereits zu gleichem Zwecke bei der Analyse der Kammergase benutzt.

***) Versuchs-Stationen 24, 367.

riger dürfte er über Wasser, wie es Brumme*) verlangt, auf längere Dauer frei von fremden Gasen aufzubewahren sein. Die von Emmerring**) angegebene Modification beseitigt die für die Eisenvitriollösung geltenden Mängel nur theilweise, erfordert aber einen ziemlich complicirten Apparat und die Anwendung einer Quecksilberluftpumpe.

Es war nun vorauszusehen, dass kräftige Oxydationsmittel $N\Theta$ in $N_2\Theta_5$ überführen und somit absorbiren würden. Mehrere Versuche mit Kaliumpermanganat und Chromsäure zeigten auch sofort den gewünschten Erfolg. Eine Lösung, welche durch Anrühren eines geringen Ueberschusses von Kaliumpermanganat mit Wasser und Abgiessen bereitet worden war, also in 100 cc nur einige Gramme dieses Salzes enthielt, zeigte dasselbe Absorptionsvermögen, wie ein gleiches Volumen einer gesättigten Eisenvitriollösung. Ich habe versucht, die Absorptionsfähigkeit dieser Lösungen nach Hempel — siehe hierüber dessen »Neue Methoden zur Analyse der Gase« — zu bestimmen und dieselbe für beide ungefähr gleich 2 gefunden. Die Wirkungsfähigkeit des übermangansäuren Kalis in saurer und alkalischer Lösung gibt demselben aber zuweilen grossen Vorzug vor dem schwefelsäuren Eisenoxydul. In alkalischer Lösung kann man nämlich diese Flüssigkeit zugleich, wie in dem oben genannten Fall, zur Beseitigung der Kohlensäure benutzen. Das Reductionsproduct fällt in Gestalt eines feinen, braunschwarzen Pulvers aus und wirkt in keiner Weise störend. Die Absorption geht ausserdem, da sie auf einer Oxydation beruht, viel sicherer und auch schneller von statten, und nach der Färbung der Lösung kann man beurtheilen, wie weit dieselbe noch für einen zweiten Versuch tauglich ist. Eine Erwärmung, welche die Wirkung der Eisenvitriollösung verzögert, wirkt bei Anwendung des übermangansäuren Kalis, sowie der Chromsäure gerade fördernd, und man kann mit Benutzung dieser Absorptionsmittel an einem Tage mehrere Dutzend Amidbestimmungen nach dem Sachsse-Kormann'schen Princip ausführen. Folgende Analysen mögen als Beleg für die Brauchbarkeit der alkalischen übermangansäuren Kalilösung dienen.

0,2 g Asparaginsäure, dargestellt durch Kochen von Asparagin mit Salzsäure, gaben über Wasser gemessen:

- 1) 31,8 cc N bei 16° C. und 763,6 mm B. entsprechend 0,2000 g Asparaginsäure.

*) Sachsse, die Chemie und Physiologie der Farbstoffe etc., 1877, S. 259

**) Versuchs-Stationen 24, 121.

- 2) 33,0 cc N bei 18,6° C. und 765,3 mm B. entsprechend 0,2043 g Asparaginsäure.
- 3) 32,3 cc N bei 18,2° C. und 764,5 mm B. entsprechend 0,2002 g Asparaginsäure.

Will man mit Stickoxyd nicht zugleich Kohlensäure entfernen, so leistet Chromsäure noch viel bessere Dienste. Eine Lösung, welche 50 g in 100 cc verdünnter Salpetersäure enthält — dieselben lösen sich im Moment des Eintragens — hat ungefähr die Absorptionsfähigkeit von 18 cc, d. h. also: 1 cc vermag 18 cc NØ mit vierfacher Sicherheit und mit einer Geschwindigkeit von mindestens mehreren Cubikcentimetern pro Minute zu absorbiren; 100 cc führen daher in Wirklichkeit mehr denn 7200 cc NØ in Salpetersäure über. Eine wässrige Lösung besitzt natürlich infolge der Bildung von chromsaurem Chromoxyd bei weitem nicht dieses kräftige und anhaltende Oxydationsvermögen. Das frisch bereitete Reagens von obiger Concentration absorbirt das Stickoxyd im Moment der Berührung. Eine genaue Beschreibung meines Verfahrens der Amidbestimmung nach Sachsse-Kormann's Princip werde ich binnen Kurzem veröffentlichen.

Versuchsstation Münster, im December 1881.

Zwei neue Methoden zur Entdeckung des Cadmiums in Gegenwart von Kupfer beim systematischen Gange der qualitativen Analyse.

Von

Anton Orlowski,

Magister der Pharmacie, Assistent der Chemie am Institut für Landwirthschaft und Forstwissenschaft in Nowo-Alexandria.

Die zwei neuen Methoden zur Entdeckung des Cadmiums neben Kupfer beruhen auf der Eigenschaft des Schwefels, das Kupfer aus Lösungen seiner Oxydsalze bei Gegenwart einer hinreichenden Menge von Zinnchlorür vollständig niederzuschlagen und auf dem Verhalten des Natriumhyposulfit's zu Kupfersalzlösungen.

Erste Methode. Die nach Entfernung des Wismuthoxydhydrates erhaltene blaue Lösung wird mit Salzsäure angesäuert und mit Zinnchlorürlösung versetzt bis zur Entfärbung, dann fügt man Schwefelmilch zu und erhitzt zum Kochen. Alles Kupfer wird hierdurch in Form