Ammoniak, salpetrige Säure und Glycerinsäure. Es ist sogar die Wahrscheinlichkeit vorhanden, dass durch Stoss oder Druck eine Explosion erfolgen kann. —

Die Art und Weise, wie bei der obenerwähnten theilweisen Zerstörung eines Gebäudes die Dynamitpatrone zur Explosion gebracht worden ist, ist die mit einem Zündhütchen versehene Zündschnur gewesen, von letzterer fanden sich nemlich noch verkohlte Reste vor, in welchen sich Nitroverbindungen genau nachweisen liessen.

Mittheilungen aus dem Laboratorium für angewandte Chemie und pharmaceutischen Institute der Universität Erlangen.

Von A. Hilger.

I. Ueber Verbindungen mehrerer Alkaloïde mit Jod.

Unter diesem Titel veröffentlicht Herr Harry R. Bauer eine Arbeit im Jahrgange 1874 dieser Zeitschrift, welche anscheinend absolut Neues bietet auf dem Gebiete der Jodverbindungen der Alkaloïde. Wenn man die Literaturangaben in der Arbeit genau verfolgt, so fällt sofort auf, dass die umfassenden, sehr werthvollen Arbeiten von Jörgensen mit keinem Worte erwähnt sind. Ebenso ist eines kleinen Beitrages zu diesem Thema ebenfalls nicht erwähnt, den ich schon im Jahre 1869 veröffentlicht habe „über Verbindungen des Jodes mit den Pflanzenalkaloïden.“

Die Arbeiten von Jörgensen, ursprünglich in den *Annales de chim. et physique* veröffentlicht, sind im ausführlichen Auszuge in der „Zeitschrift für Chemie“ Jahrgang 1868 u. 1869, ferner in Wigger's und Husemann's Jahresberichte 1867 u. 1869, dem II. Bande der Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft, endlich im Jahresberichte für reine Chemie in den betreffenden Jahrgängen enthalten. —

Es bedarf nur der Durchsicht der hier noch nachträglich angeführten Literatur, um sich über die vorliegende Frage vollständig zu orientiren, zu welchem Zwecke ich Veranlassung nahm, diesen kleinen Nachtrag zur bewussten Arbeit zu liefern.

II. Zur Prüfung der Nahrungs- und Genussmittel auf Verfälschungen.

Durch eine vom Stadtmagistrate hiesiger Stadt eingerichtete Controle der Nahrungs- und Genussmittel, welche zum Verkaufe gelangen, habe ich Gelegenheit, Erfahrungen auf diesem Gebiete zu sammeln und nehme daher Veranlassung, hier Einiges mitzuthemen, da ich voraussetzen darf, dass derartige Erfahrungen gerade auch der pharmaceutischen Praxis willkommen sein dürften.

a) Ueber die käuflichen Essigsorten.

Die Untersuchung zahlreicher Proben von Speiseessig zeigte das sehr zu beklagende Resultat, dass mit weniger Ausnahmen fast alle Essigproben nur zwischen 1—3 % reine Essigsäure enthielten, während wir doch an eine Speiseessigsorte die Anforderung stellen müssen, dass dieselbe mindestens 3 % reine Essigsäure enthalten soll.

Die Verfälschungen des Essigs anlangend, war ein absichtlicher Zusatz von Schwefelsäure in verschiedenen Sorten nachzuweisen und zwar bis zu 1 % Schwefelsäurehydrat (H^2SO^4). Ich vermuthe, dass derartige Zusätze häufiger vorkommen, da angeblich die Haltbarkeit des Essig's durch Schwefelsäurezusatz bedeutend gefördert werde. Der Nachweis der freien Schwefelsäure gelang stets am sichersten durch die bekannte Fähigkeit des Rohrzucker's, durch concentrirte Schwefelsäure sehr rasch zersetzt zu werden. Die auftretenden Schwärzungen beweisen stets die Gegenwart von freier Schwefelsäure. — Es wurde gewöhnlich folgendermassen verfahren:

Eine Probe des stark verdünnten Essig's wurde mit Baryumchlorid versetzt, um von vornherein einen Anhalts-

punkt über die Gegenwart von Schwefelsäure überhaupt zu erhalten. Die meisten käuflichen Essigsorten werden natürlich Schwefelsäure enthalten, jedoch gebunden, als schwefelsaure Salze, dem bei der Essigbereitung angewandten Wasser als Bestandtheil beigemengt und in Folge dessen stets schwache Trübungen mit Chlorbaryum geben, dagegen keine starken Fällungen, was bei Gegenwart freier Schwefelsäure sofort wahrzunehmen ist. —

Die Probe auf freie Schwefelsäure lässt sich am rationellsten in der Weise ausführen, dass man etwa 10—20 CC. Essig in einer Abdampfschale auf dem Wasserbade concentrirt bis zur dünnen Syrupsconsistenz und hierauf ein Stückchen krystallisirten Rohrzucker einlegt. Die Schwärzung des Zuckers tritt in den meisten Fällen sofort ein, so dass keine weitere Concentration nothwendig ist. Nicht unerwähnt kann hier bleiben, dass sehr viele Essige, ja wohl die meisten mit Zuckercouleur gefärbt sind, wodurch bei Gegenwart freier Schwefelsäure beim Verdampfungsprocess die Intensität der Farbe des Essigs zunimmt. Jedoch sind Täuschungen unmöglich, wie vielfache Versuche mir bewiesen.

Die quantitative Bestimmung der Schwefelsäure in solchen Fällen lässt sich nur sicher gewichtsanalytisch in Form von BaSO_4 ausführen und die Bestimmung des Gehaltes an freier Essigsäure wird begreiflicherweise bei Gegenwart von freier Schwefelsäure etwas complicirter. Mein Verfahren ist folgendes:

20 CC. Essig werden mit Normalkali ($r\text{CC} = 0,060$ Essigsäure) mit Zuhilfenahme von Lackmustinctur neutralisirt.

Die Anzahl der verbrauchten CC. Normalkalilösung werden vorläufig notirt, da eine directe Berechnung auf freie Essigsäure nicht möglich ist. In 20 CC. oder mehr Essig wird nun die Schwefelsäure mittelst BaCl_2 gewichtsanalytisch bestimmt. Die gefundene Menge Schwefelsäure wird auf Kali berechnet, d. h. die $\text{KH}\Theta$ menge berechnet, die zur Neutralisation der gefundenen Schwefelsäuremengen nothwendig ist. Diese gefundene Menge von $\text{KH}\Theta$ wird von der

ursprünglich bei der Neutralisation verbrauchten Menge in Abzug gebracht; der Rest, der hier bleibt, wird auf freie Essigsäure in Rechnung gebracht und giebt den Gehalt des Essigs an freier Essigsäure. —

Selten ist eine Bestimmung der Schwefelsäure im Abdampfückstande des Essigs nothwendig, da die Mengen der Sulfate in unseren Wässern niemals so bedeutend sind, dass sie grosse Fehlerquellen bei der obigen Schwefelsäurebestimmung veranlassen können.

b) *Zur Prüfung der Milch.*

Bei circa 300 Milchproben, welche zur Untersuchung kamen, zeigten sich als Verfälschungen nur ausschliesslich Zusätze von Wasser, allerdings oft 20 — 30, ja 40 %. Eine weitere Beobachtung bei diesen Untersuchungen war das noch sehr häufig vorkommende Verkaufen von abgerahmter Milch für nicht abgerahmte Milch.

Für die polizeilich-chemischen Milchuntersuchungen bleiben, wie ich mich wiederholt überzeugt habe, der Lactodensimeter von Quévenne, sowie der Cremometer von Chevallier höchst brauchbare Instrumente, die mit grosser Correctheit mit den nöthigen Gebrauchsanweisungen versehen vom Apotheker Müller in Bern bezogen werden.

Die Zusätze von Wasser werden mit Sicherheit erkannt; ebenso ist die Entscheidung der Frage, ob abgerahmte oder nicht abgerahmte Milch vorliegt, damit zu erledigen. —

c) *Verfälschungen der Gewürze.*

Bei Untersuchung der gemahlenen Pfeffersorten zeigten sich die bedenklichsten Zusätze, theils zufällig, theils absichtlich beigemengt. So fanden sich Zusätze von: gebrannten gemahlenen Eicheln, Leguminosenmehl, Stärke, anorganisches Material der verschiedensten Art im pulverisirten Zustande. — Später Ausführlicheres über dieses Thema.

III. Die Salpetersäurebestimmung in Wässern.

Von Ed. Hoffmann.

Wenn auch die Literatur auf diesem Gebiete sehr reichlich vorliegt und zahlreiche Monographien und Abhandlungen in vortrefflicher Weise uns Aufschluss über die Untersuchungsmethoden der Wässer geben, so scheint mir doch die Frage der Salpetersäurebestimmung immer noch discussionsfähig vom Standpunkte des Arztes, Apothekers, Sanitätsbeamten etc. etc., welche oft bei weniger vollendeten Einrichtungen, Apparaten und andern Hilfsmitteln sich Aufschluss verschaffen wollen.

Nachfolgendes möge zum Theil von diesem Standpunkte aus beurtheilt werden; die hier mitgetheilten Vorschläge sind durch reiche Erfahrung entstanden, gesammelt während einer Untersuchung von mehr wie hundert Brunnenwässern des Kantons Langenkandel in der Rheinpfalz, wie auch einer Versuchsreihe, vor Kurzem vollendet im Laboratorium für angewandte Chemie unter Leitung von Prof. Dr. Hilger.

1. Prüfung von Wasser auf Salpetersäure. Qualitativ.

Von den verschiedenen Methoden der Nachweisung von Salpetersäure in Wässern verdient die mittelst Indigolösung den Vorzug, weil solche als Reagens in jedem einfachen Laboratorium vorgefunden wird. — Sehr geringe Mengen von Salpetersäure 1 — 2 Millig. in einem Liter können zwar direct mit Sicherheit nicht mehr gut nachgewiesen werden; in diesem Falle ist es vorzuziehen, eine Concentration des Wassers durch Eindampfen vorausgehen zu lassen; aber es ist dann überhaupt eine Nachweisung in den meisten Fällen werthlos, weil Trinkwasser mit nur annähernd so geringem Gehalte, ausser von laufendem Quell- oder Flusswasser entnommen, zu den Seltenheiten gehört.

Die Ausführung wird zweckmässig in folgender Weise geschehen.

In ein gewöhnliches Reagensglas werden etwa 5 C.C. reiner concentrirter Schwefelsäure gebracht und dieselbe durch eine geringe Menge verdünnter Indigolösung schwach blau gefärbt, hierauf 3—4 C.C. des zu untersuchenden Wassers darüber geschichtet und umgeschüttelt — bei Gegenwart von nur 3—4 Millig. Salpetersäure in einem Liter tritt sofortiges Verschwinden der blauen Farbe des Indigo ein.

Erforderlich ist bei geringen Mengen vorhandener Salpetersäure, dass die angewandte Schwefelsäure und das Wasser mindestens Zimmertemperatur besitzen, weil sonst durch die entsprechend weniger starke Erwärmung des Gemisches die Entfärbung des Indigo nur langsam eintritt.

Eine vorhergehende Prüfung der verwendeten concentrirten Schwefelsäure, ob frei von Salpetersäure, wird nie unterlassen und genau wie oben unter Anwendung von reinem destillirtem Wasser ausgeführt.

Von den übrigen zum Theil schärferen Methoden sehe ich hier ab. — Salpetrige Säure, die ebenfalls Indigo zerstört, tritt gewöhnlich in zu minimalen Mengen auf, um bei der Prüfung auf Salpetersäure von Einfluss zu sein.

2. Quantitative Bestimmung.

Vor Allem muss hier die Frage berücksichtigt werden: ist eine genaue, wenn auch Zeit raubende Bestimmung der Salpetersäure erwünscht oder genügt eine annähernde in kürzester Zeit auszuführende Methode — in letzterem Falle ist unbedingt zu einer maassanalytischen Bestimmung durch Indigolösung zu greifen, in ersterem giebt die Methode beruhend auf der Zersetzung der Salpetersäure durch Eisenchlorür zu Stickoxyd dann noch sicheres Resultat, wenn selbst ein grösserer Gehalt an organischen Substanzen in dem Wasser vorhanden ist. —

a) *Bestimmung mittelst Indigolösung.*

Marx *) hat zuerst bei Untersuchung der Brunnenwässer Stuttgart's eine maassanalytische Bestimmung der Salpetersäure in Vorschlag gebracht, beruhend auf der Zerstörung des blauen Indigofarbstoffes und wurde dieselbe auch überall seither dort in Anwendung gebracht, wo es sich darum handelte, eine grössere Anzahl von Bestimmungen vorzunehmen.

Trommsdorff **) hat die Methode bestätigt und weiter ausgeführt. —

Goppelsröder, ***) nach ihm Bemmelen †) wiesen wohl darauf hin, dass ein und dieselbe Menge Salpetersäure grössere oder kleinere Quantitäten von Indigo zu zerstören vermögen, je nach Concentration der Salpetersäure und Gegenwart von Schwefelsäure und auch Tieman ††) bewies an Beispielen, dass bedeutender Gehalt an organischen Stoffen im Wasser störend auf die Genauigkeit der Resultate einwirken könne.

Bei Untersuchung von Brunnenwasser lediglich zur Beurtheilung seines Werthes als Trinkwasser ist jedoch eine absolut genaue Bestimmung des Salpetersäuregehalts ohne Werth — derselbe wechselt ja bei Pump- und Schöpf-Brunnen auf wenige Meter Entfernung oft um das 2, 5, 10fache, ja in ein und demselben Brunnen nach Jahreszeit, Benutzung, Höhe des Wasserstandes etc. selbst um 50 Procent.

Es haben weiter vielfache Untersuchungen der Brunnenverhältnisse der Städte ergeben, dass es sich bei Pump- und Schöpfbrunnen gewöhnlich um 10, 20, 50, 100—500 Millig. Salpetersäure auf einen Liter handelt, auch die Untersuchung von Brunnen eines grösseren ländlichen Bezirkes, des südöstlichsten an den Rhein angrenzenden Theiles der Rhein-

*) Fresenius Zeitschrift f. analyt. Chem. 1868. S. 412.

**) „ „ „ „ „ 1870. S. 157.

***) „ „ „ „ „ 1870. S. 1.

†) „ „ „ „ „ 1872. S. 136.

††) Kubel II. Aufl. der Anleitung zur Untersuch. v. Wässern 1874.

pfalz, des Kantons Langenkandel, hat mir den Beweis geliefert, dass der Salpetersäuregehalt hier nicht hinter dem der dichtbevölkertsten Städte zurückbleibt. Nur bei 4 — 5 besonders glücklich situirten Brunnen und weniger durch Sumpfboden geteufte war der Gehalt an Salpetersäure unter 15 Millig. im Liter, sonst aber in jeder Zahlenreihe bis 500 Millig.

Es mag dort der Durchschnittsgehalt sämtlich consumirten Trinkwassers nicht unter 50 bis 80 Millig. an Salpetersäure auf 1 Liter betragen. Gleiches kann wohl ohne grossen Irrthum für einen grösseren Theil der vorderen Rheinebene, wie überhaupt dort, wo Wasserleitungen zu den Ausnahmen gehören und ähnliche Bodenverhältnisse vorliegen, angenommen werden.

Was in Städten schlechte Canalisation und Abfuhr verschulden, geschieht auf dem Lande durch die aus practischen (!) Gründen möglichst den Oeconomiegebäuden etc. nahe Anlage von Brunnen.

Es kann also unter solchen Verhältnissen dem Arzte, der Sanitätsbehörde wenig mehr nützen, zu wissen, ob im Brunnenwasser 10 oder 12, 30 oder 40, 100 oder 150 Millig. Salpetersäure enthalten sind. Die Methode der Bestimmung durch Indigo giebt nun trotz ihrer Mängel ungleich schärfere Resultate und genügt deshalb in den allermeisten Fällen; ja ich möchte in Nachfolgendem eine Art der Ausführung näher beschreiben, welche etwas abweichend von der Marx-Trommsdorff'schen Methode ich der Einfachheit wegen empfehlen kann.

Das Verhältniss der verwandten Schwefelsäure zu Wasser giebt zunächst eine Abweichung, indem nur gleiche Volumina Wasser und Schwefelsäure in Anwendung kommen, hauptsächlich deshalb, um sowohl die Mischung wie das Ablesen der verbrauchten Indigolösung noch bequem in einem graduirten Reagensglase vornehmen zu können und weil mir vielfache Versuche gezeigt haben, dass, da eine Mischung gleicher Volumina Schwefelsäure und Wasser sich fast so hoch erhitzt, wie bei 2 Volumina Schwefelsäure, dafür aber die

Salpetersäure nun $\frac{1}{3}$ concentrirter rascher auf Indigo einwirkt mit gleichbleibendem Endresultate. Wenn hierbei auch weniger Indigolösung zerstört wird, brauchen deshalb die Resultate nicht viel ungenauer zu sein, da bei Gegenwart grösserer Mengen Schwefelsäure ein anderer, möglicherweise weiter gehender Zersetzungsprocess zwischen Salpetersäure und Indigo eintreten mag.

Erforderlich sind:

1) ein graduirtes 30—40 C.C. haltendes Reagensglas *) am besten mit Holzfuss zum Einstellen. Durch Einlegen eines Ausflussrohres kann dasselbe event. als Bürette dienen (Fig. I.)

2) Salpetersäurelösung, als Norm dienend, enthaltend 50 Millig. Salpetersäure im Liter, hergestellt durch Auflösen von 0,094 g. Kalisalpeter in einem Liter destillirten Wassers.

3) Verdünnte Indigolösung — darstellbar durch Auflösen von 5 g. gepulvertem Indigo in 50 g. concentrirter reiner Schwefelsäure durch 4—5 stündiges Stehenlassen bei 20—25°, Eingiessen in $\frac{1}{2}$ Liter Wasser, 2 tägigem Absetzenlassen und Filtration. Von dieser concentrirten Lösung genügen circa 50 C.C. auf 1 Liter destill. Wassers, um eine annähernde Verdünnung zu erhalten.

4) Concentrirte Schwefelsäure; dieselbe muss farblos sein — geringer Gehalt an Salpetersäure schadet nicht, da dieselbe bei Einstellung der Indigolösung nach der Salpeterlösung unschädlich gemacht wird.

Vorerst ist nun nöthig, die verdünnte Indigolösung genau nach der als Normallösung dienenden Salpeterlösung zu stellen. Man füllt zu diesem Zwecke in das graduirte Reagensglas nach Herausnahme aus dem Holzfusse und Entfernung der Ausflussröhre genau 5 C.C. concentrirter Schwefelsäure, schichtet ebenso genau 5 C.C. der Salpeterlösung darüber, schüttelt um und tröpfelt nun möglichst rasch unter beständigem Umschütteln so lange Indigolösung aus einem

*) Bei E. Leybold's Nachfolger in Cöln zu erhalten.

kleineren passenden Gefässe hinzu, als die blaue Farbe verschwindet und hält damit ein, sowie eine bleibende grünliche Färbung über die ganze Flüssigkeitsmenge eingetreten ist.

Es ist nun leicht an dem graduirten Reagensglase abzu-
lesen, wie viel C. C. der Indigolösung erforderlich waren. Es
müssen genau 5 C. C. sein, — soviel wie die verwendete
Salpeterlösung. Waren weniger erforderlich, so ist die Indi-
golösung zu concentrirt und muss verdünnt werden, oder
wenn das Gegentheil, noch concentrirte Lösung zugefügt wer-
den: gesetzt es wären nur 2 C. C. gebraucht worden, — man
verdünnt dann 200 C. C. auf 500 C. C. und ein erneuerter
Versuch wird annähernd stimmen.

Da nun 5 C. C. Indigolösung 5 C. C. der Salpeterlösung
gleich gestellt werden, die Salpeterlösung aber 50 Millig.
Salpetersäure auf 1 Liter enthält, so muss natürlich 1 C. C.
Indigolösung gleich 10 Millig. Salpetersäure sein, wenn 5 C. C.
irgend eines Wassers zu einem Versuche verwendet werden.

Wird also statt mit Salpeterlösung der Versuch mit
Wasser und der nun ersterer gleichwerthigen Indigolösung
gemacht, so ist einleuchtend, dass, wenn hiezu ebenfalls 5 C. C.
Indigolösung gebraucht wurden, das Wasser gleich der Salpeter-
lösung, also 50 Millig. Salpetersäure im Liter enthalten muss.

Jeder verbrauchte C. C. Indigolösung ist also
gleich 10 Millig. Salpetersäure auf 1 Liter zu
berechnen. Wenn der Gehalt eines Wassers über 50 Millig.
auf 1 Liter steigt, so ist es nöthig, dasselbe mit destill. Was-
ser um's 2, 5, 10fache zu verdünnen und den Versuch mit
5 C. C. zu wiederholen. Jetzt aber entspricht jeder verbrauchte
C. C. Indigo der doppelten, 5, 10fachen Menge Salpetersäure
also 20, 50 — 100 Millig. auf 1 Liter. z. B.

1) 5 C. C. Schwefelsäure, 5 C. C. eines Brunnenwassers
erforderten 3,5 C. C. Indigolösung:

1 C. C. = 10 Millig. im Liter, also

$3,5 \times 10 = 35$ Millig. Salpetersäure auf 1 Liter.

2) 5 C. C. Schwefelsäure, 5 C. C. eines stärker infiltrirten
Wassers entfärbten beim ersten Versuche weit über 6—8 C. C.

Indigolösung; auf das Fünffache mit dest. Wasser verdünnt und der Versuch mit 5 C. C. wiederholt, ergaben 4 C. C. Indigo: hier ist 1 C. C. = 50 Millig.; also

$$4 \times 50 = 200 \text{ Millig. Salpetersäure auf 1 Liter.}$$

Wo es erwünscht scheint, grössere Genauigkeit zu erzielen, soweit es bei Indigo zulässig ist, so kann dieses geschehen, wenn die doppelte, 5—10fache Menge Wasser und Schwefelsäure, also 10—25—50 C. C. zu je einem Versuche verwendet werden; es ist dann aber auch eine genauere Einstellung der Indigolösung nach der um's 2—5—10fache verdünnten Salpeterlösung erforderlich und ist bei der Berechnung der Salpetersäure jeder C. C. Indigolösung gleich 5, 2,5 und 1 Millig. auf 1 Liter in Anrechnung zu bringen. Man wende aber auch hier eine solche Verdünnung des Wassers an, dass nie mehr wie 5,8 oder 10 C. C. Indigolösung zu einem Versuche verwendet werden.

Zweckmässig kann man dabei zuerst zum Abmessen des Wassers und dann der Schwefelsäure sich der vielfach vorhandenen 10,50 g. Gläschen, wie solche zum Bestimmen des spec. Gewichtes von Flüssigkeiten benutzt werden, bedienen.

Zum Mischgefäss verwendet man einen 50 oder 150 C. C. haltenden Kochkolben, das Zutropfen und Abmessen der Indigolösung kann in diesem Falle mittelst des graduirten Reagensglases mit eingelegter Ausflussröhre geschehen. —

Trägt man Sorge, dass bei jemaligen Wechsel der zuvor angewandten concentrirten Schwefelsäure gegen andere, vielleicht selbst geringe Mengen Salpetersäure enthaltende, ein Controllversuch gemacht wird, dass die Flüssigkeiten, Wasser und Schwefelsäure nicht unter Zimmertemperatur angewendet werden, ferner dass beim Zuträufeln der Indigolösung möglichst gleich schnell bis zu gleichgefärbten Endresultat verfahren wird, so können grössere Fehlerquellen nicht leicht vorkommen und diejenigen, welche aus ungleicher Concentration der Salpetersäure, Gegenwart organischer Substanz etc. resultiren, überschreiten nur ausnahmsweise die Grenzen geforderter Genauigkeit.

Es dürften die mittelst des graduirten Reagensglases in kürzester Zeit erhaltenen Resultate für Vorprüfungen zu genaueren quantitativen Bestimmungen sowohl, wie für den Arzt, den Sanitätsbeamten etc. in allen Fällen ausreichen.

Nachschrift: In soeben erschienenen II. Hefte von O. L. Erdmann's Journal für pract. Chemie, Neue F. Bd. 11. 1875 bricht Herr H. Kämmerer gelegentlich einer von R. Fresenius vorgeschlagenen Bestimmung der salpetrigen Säure in Wässern und zugleich über die quantitative Bestimmung der Salpetersäure durch titrirte Indigolösung, wie über diejenige der organischen Substanz durch übermangansaures Kali in unbarmherziger Weise den Stab. —

Bei dessen Motivirung erfahren wir betreffs der durch Indigo ausgeführten Bestimmung nichts Neues, jedoch spricht derselbe zur Erklärung von ihm erhaltenen unbrauchbaren Resultaten bei Bestimmung der organ. Substanz mit Anderem die Ansicht aus „Während des Erwärmens kann gleichzeitig mit der Permangansäure auch die gebundene oder durch Schwefelsäurezusatz freigeordnete Salpetersäure mit den organ. Stoffen in Reaction treten.“

„Wird nun beispielsweise ein Theil der Salpetersäure zu Ammoniak reducirt und durch Permangansäure dieses Ammoniak zu Stickstoff und Wasser oxydirt, so erfordert die Oxydation nur halb soviel Sauerstoff von der Permangansäure als die Salpetersäure bei ihrer Reduction verloren hat!“ —

Was nun die leichte Reduction der Salpetersäure in solcher Verdünnung anlangt, so geschieht dieses allerdings durch nascirenden Wasserstoff und in ähnlicher Weise vielleicht durch einmal erregte atomistische Thätigkeit durch Fäulnisprocesse oder den Lebensprocess niederer Organismen und scheint mir dieses aus zahlreichen Beobachtungen bei Brunnenwasseruntersuchungen von über 20 Orten mit verschiedenster Lage und Untergrund hervorzugehen, indem bei Wässern mit vorwiegendem Gehalte an organischen Stoffen meistens neben

Spuren von Ammoniak ein Zurücktreten des Salpetersäuregehaltes sich ergab; es könnte jedoch auch hier angenommen werden, dass in solchen tiefen Lagen mit nahem Horizontalwasser überhaupt die Bildung von Salpetersäure verhindert oder verlangsamt wird, indem die Berührung mit dem Sauerstoff der Luft nicht ausreicht, die vorhandenen organischen Stoffe zu zerstören, da anderseits zahlreiche Brunnenwässer mit grösserem Gehalte an Salpetersäure 100—300 Millig. im Liter genau correspondirendem Abdampfdruckstande, bei absoluter Abwesenheit von Ammoniak und geringer Menge organischer Stoffe für viele gleich und hoch gelegenen Orte mit sandigem porösem Untergrunde charakteristisch sich zeigten. E. H.

b) *Bestimmung in Form von Stickoxyd.*

Bei genauen quantitativen Bestimmungen des Salpetersäuregehaltes in Fragen mehr technischer Natur, wo es sich etwa um zweckmässige Auswahl von Quellwasser zu Leitungen etc. handeln sollte, fällt bei der Auswahl der Methode ein Moment hauptsächlich in's Gewicht, nemlich die oft gleichzeitige Anwesenheit stickstoffhaltiger organischer Stoffe und es muss deshalb von der sonst sehr scharfen Bestimmung der Salpetersäure durch Ueberführung in Ammoniak durch Zink in alkalischer Flüssigkeit abgesehen werden, weil es sich gezeigt hat, dass gerade solche stickstoffhaltige Stoffe, welche als Infiltrationen gedacht werden könnten, hier beim Kochen ebenfalls Ammoniak zu entwickeln vermögen.

Schlösing*) brachte nun zuerst eine genaue Methode selbst bei Gegenwart grösserer Mengen organischer Substanzen z. B. Tabakauszügen, in Vorschlag, durch Ueberführung der Salpetersäure in Stickoxyd mittelst Eisenchlorür und Salzsäure, Regeneration des über Quecksilber aufgefangenen Stickoxydes durch Sauerstoff und Bestimmen der so wieder erhaltenen Salpetersäure maasanalytisch mittelst verdünnter Kalilauge.

*) Erdmanns Journ. f. pract. Chemie 1854. S. 142.

Reichardt*) hat diese Methode vereinfacht durch Anwendung verdünnter Natronlauge als Sperrflüssigkeit; auch glaubte er praktischer verfahren zu können, wenn statt eines von Schlösing in Anwendung gebrachten Zersetzungskolben mit eng ausgezogenem Halse ein solcher mit doppelt durchbohrtem Kautschukpfropfen zum Einfügen einer getrennten Saug- und einer Gasentbindungsröhre benutzt werde.

Fr. Schulze hat das ursprünglich Schlösing'sche Verfahren dahin abgeändert, dass aus dem über Quecksilber in einer Messröhre aufgefangenen Stickoxyd direct die Salpetersäure berechnet wird.

Tiemann empfiehlt nun in der 2. Auflage der „Untersuchung von Wasser von Kubel“ ein modificirtes Schulzesches Verfahren, indem er die von Reichardt in Anwendung gebrachte Natronlauge als Sperrflüssigkeit, wie auch dessen Zersetzungskolben mit Kautschukpfropf acceptirt.

Als Beleganalysen werden Resultate selbst bei Gegenwart von organischer Substanz unter Anwendung von nur 3—7 Millig. Salpetersäure angeführt, welche bis auf $\frac{1}{10}$ — 1 Procent der berechneten Menge stimmen, dagegen ergaben unter denselben Verhältnissen nach der Reichardt'schen Methode ausgeführte Versuche 6—11 Procent zu wenig und er glaubte die Ursache dieses durchgehends zu geringen Ausfalles in den zahlreicheren Kautschukdichtungen zu finden, wodurch Luft nicht ausgeschlossen werden könnte.

Leider war es mir unmöglich bei zahlreichen vergleichen den Versuchen mit dem nach Tiemann modificirten Schulzeschen Verfahren nur annähernd so genaue Resultate zu erhalten, oft abnorme Zahlen und suchte deshalb etwaige Fehlerquellen ins Auge zu fassen.

Zunächst schien es etwas bedenklich bei kleinen Mengen anwesender Salpetersäure aus verhältnissmässig grossen Zersetzungskolben alles Stickoxyd in die Messröhre übertreiben zu können; es ist sehr schwer aus einem 150 C. C. haltenden

*) Fresen. Zeitschr. f. analyt. Chem. 1870. S. 24.

Kochkolben dieses zu bewerkstelligen, da die Zerlegung der letzten Mengen Salpetersäure erst bei hoher Temperatur und Concentration erfolgen mag und augenscheinlich die Gefahr des Zurücksteigens der Natronlauge vorliegt.

In welcher Weise die Zerlegung der Salpetersäure, wie völliges Austreiben des gebildeten Stickoxydes von hoher Temperatur, Concentration und event. lebhafterem Kochen abhängt, wurde darin nachstehend zu beweisen gesucht.

1) 6 g. einer 5 % Eisenchlorürlösung nebst nöthiger Salzsäure, enthaltend 0,012 Salpetersäure wurden in eine kleine Liebig'sche Trockenröhre gebracht, in ein Glycerinbad gesetzt, durch Kohlensäure die Luft entfernt und bei langsam steigender Temperatur das gebildete Stickoxyd in einer Messröhre über Natronlauge aufgefangen.

Bei 100° C. traten keine messbare Mengen Stickoxyd in die Messröhre über, ebenso bei 105°.

Bei 110° C. ergab 0,1 C.C. Stickoxyd,

„ 120° „ 0,3 „ „

„ 125° „ 0,5 „ „

„ 130—140° „ 5,2 „ „

bei 735 m.m. Barometer und 17° C. = 0,0112 Salpetersäure.

2) 6 g. einer 10 % Eisenchlorürlösung enthaltend

0,0127 Salpetersäure ebenso behandelt, entwickelte

bei 100° kein Stickoxyd,

„ 110° 0,1 C.C. „

„ 115° 0,2 C.C. „

„ 115—125° 0,5 C.C. „ ,

worauf rasche Entwicklung eintrat und bei 135—140° beendet war = 5,5 C.C. Stickoxyd = 0,0118 Salpetersäure.

3) 6,4 g. einer 50 % Eisenchlorürlösung enthaltend

0,0128 Salpetersäure gaben:

bei 125° = 0,5 C.C. Stickoxyd,

„ 130 = 0,8 C.C. „

„ 140 = 5,7 C.C. „ = 0,0123 Salpetersäure.

Bei allen 3 Versuchen wurde durch zuletzt durchgeleitete Kohlensäure, nachdem durch Erhitzen kein Uebertreten von

Stickoxyd mehr erfolgte, noch messbare Mengen desselben in die Messröhre gebracht. Es folgt demnach, dass eine vollständige Zersetzung der Salpetersäure erst bei hoher Temperatur $120-130^{\circ}$ erfolgt, und dass bei nicht starkem lang fortgesetztem Aufkochen die letzten Theile des Stickoxydes in dem grossen Raume des Entwicklungsgefässes zurückgehalten werden können.

Ein kleiner Verlust an Stickoxyd erfolgt ferner durch Herausschleudern kleiner Bläschen durch die aus der Messröhre bei heftigem, stossweisen Aufkochen herausgedrängte Natronlauge mitgerissen — abgesehen, dass auch Natronlauge nicht ohne jede Absorptionsfähigkeit, noch weniger das später in Anwendung kommende Kühlwasser ist. Grössere Fehlerquellen aber werden durch den nur ausnahmsweise unter günstigen Bedingungen möglichen dichten Schluss des Kautschukpfropfens bedingt.

Durch Einspritzen von kalter Eisenchlorürlösung und dann Salzsäure in das Innere des Zersetzungscolbens wird ein luftleerer Raum von sehr starkem äusseren Druckbestreben entstehen müssen, welcher, wie ein einfacher Versuch beweist, es ermöglicht je nach Dauer des Vacuum durch anscheinend vortrefflich schliessende Kautschukpfropfen beliebiges Quantum Luft einzupressen, in welchem Falle nach der Reichardt'schen Methode ein Verlust, nach der Schulze'schen eine zu grosse Menge an Salpetersäure resultiren muss. —

So leicht es ist, Dichtungen für Flüssigkeiten bei höherem Drucke herzustellen, findet dies bei den unendlich beweglicheren Gasen um so schwieriger statt, wenn bei steigender Temperatur zwischen den Wandungen befindliche Feuchtigkeit der Dampfform nahe gebracht, die Adhäsion dadurch verringert wird.

Bei Vermeidung dieser Uebelstände ist in der Praxis die Schulze'sche Methode mit Verwendung von Natronlauge als Sperrflüssigkeit demnach als eine der förderlichsten zu bezeichnen und sind bei nachfolgender Abänderung des Verfahrens constantere Resultate zu erhalten; es sei jedoch

zur weiteren Orientirung auf die sonst trefflich behandelte 2. Auflage Kubel's unter gegebenem Passus hingewiesen.

Erforderlich sind auch hier:

1) ein circa 30 Cent. lange, in $\frac{1}{10}$ C.C. getheilte, zum Ablesen über Wasser calibrierte Messröhre;

2) ein empfindliches Barometer und ein Thermometer;

3) Zersetzungscolben (Fig. III.) bestehend aus 50—100 C.C. haltenden Kochcolben mit etwa federkiel dick ausgezogenem Halse und daran eine mittelst eines starkwandigen Kautschukrohres, jedoch von sehr engem Lumen, befestigte Gasentbindungsröhre, ebenfalls aus dickwandiger Glasröhre mit engstem Lumen hergestellt. Das unter die Messröhre zu bringende Ende ist etwa 1 Cent. aufwärts gebogen und kann zuletzt ein Kautschukventil *) übergestülpt werden. Ein Quetschhahn wird zum Zusammenklemmen des Kautschukrohres angelegt;

4) einer zur Aufnahme von 300—500 C.C. Natronlauge dienenden Schaafe oder Wanne: erstere ist durch Aufkochen von Luft zu befreien;

5) ein kleines Becherglas, mit heisser concentrirtester, salzsäurehaltiger Eisenchlorürlösung gefüllt — erhalten durch Auflösen von trockenem Eisenchlorür in verdünnter Salzsäure und Aufkochen;

6) ein grösseres, etwa 150 bis 200 C.C. haltendes Becherglas mit heissem ausgekochten destill. Wasser;

*) Durch eine kleine Abänderung gelingt es das bekannte Bunsen'sche Kautschukventil — bestehend aus einem durch scharfen Schnitt mit einem Schlitz versehenen, an einem Ende mittelst eines Stückchen Glasstabes verschlossenen, 4—5 Cent. langen Kautschukschlauch — mit ausgezeichnetem Schluss gegen starken äussern Druck herzustellen. Nimmt man nemlich den Glaspfropf etwas länger, so dass derselbe bis über den Schlitz reicht und verengt ihn an dieser Stelle durch Ausziehen etwas mehr als das Lumen des Kautschukrohres beträgt, so können Luft und Flüssigkeiten ungehindert austreten, dagegen bei stärkerem Drucke werden die Ränder des Schlitzes fest gegen den, wenn auch engern Glasstab gedrückt. Ohne dieses drückt sich der Kautschukschlauch breit, wobei der Schlitz klappt und undicht wird. (Fig. II.)

7) einen 32—35 Cent. hohen weiten Glaszylinder voll kalten Wassers. —

Vor Ausführung dieses Verfahrens wird mittelst Indigolösung der annähernde Gehalt des zu untersuchenden Wassers bestimmt, hierauf ein Quantum, welches etwa 10—30 Millig. enthält auf 20—30 C. C. eingedampft, in den Zersetzungskolben gebracht, die Entbindungsröhre angefügt und unter Entweichenlassen des Dampfes eingekocht. Eisenchlorürlösung, daneben das heisse destillierte Wasser wird inzwischen bereit gehalten und die Messröhre durch Anfüllen mit ausgekochter Natronlauge und Eintauchen mit der durch den Finger verschlossenen Oeffnung unter die Natronlauge der Wanne zur Aufnahme des Stickoxydes vorbereitet.

Ist der Inhalt des Kölbchens auf 3—5 C. C. eingekocht, so taucht man das freie Ende der Gasentbindungsröhre in die heisse Eisenchlorürlösung und lässt noch Dampf hindurchströmen, hierauf entfernt man die Lampe: langsam lässt man nun 10—15 C. C. Eisenchlorürlösung in den Zersetzungskolben fließen, worauf der inzwischen in die Hand genommene Quetschhahn geschlossen wird; sofort bringt man nun die Gasentbindungsröhre in das heisse dest. Wasser und lässt von diesem in kurzen Zwischenräumen soviel nachfließen, bis alles Eisenchlorür in den Zersetzungskolben nachgedrängt ist. Ist dieses geschehen, wird die Entwicklungsröhre unter die Natronlauge getaucht und darin das mit Natronlauge oder Wasser gefüllte kleine Kautschukventil übergestülpt. Man schiebt nun dasselbe tief in die Messröhre hinein, bringt die Lampe wieder unter den Zersetzungskolben, öffnet den Quetschhahn und kann in aller Ruhe die Uebertreibung des entwickelten Stickoxydes vornehmen. Das Kautschukventil verhindert sowohl das Zurücksteigen der Natronlauge, ebenso das stossweise Hervorschleudern des Stickoxydes. —

Ist alles Stickoxyd in die Messröhre gelangt, bringt man dieselbe mittelst eines kleinen mit Natronlauge gefüllten Löffelchens in das Kühlwasser des Glaszylinders, notirt nach einiger Zeit dessen Temperatur, bestimmt das Volumen des Stickoxydes durch Ablesen auf gleichem innern und äussern

Niveau, vergleicht den Barometerstand und berechnet aus beigefügter Tabelle die vorhandenen Mengen Salpetersäure.

Bei der Ausführung ist die Vorsicht zu gebrauchen, dass das Lumen des Glas- und Kautschukrohres sehr eng gewählt wird, damit nicht zum Verdrängen der Eisenchlorürlösung zu grosse Mengen Wasser erforderlich sind: geringe Antheile von Eisenchlorür, welche mit dem Stickoxyd und heissen Wasserdampf in die Messröhre gelangen, schaden nicht, da solche von der Natronlauge sofort zerlegt werden. —

Das oberhalb des Quetschhahns in dem Kautschukrohre befindliche Wasser kann durch Plattdrücken des Schlauches in das Innere des Kölbchens gedrängt werden.

Es ist klar, dass bei diesem Verfahren die Spannung im Innern des Entwicklungsgefässes vermindert wird und damit die Möglichkeit des Einpressens von Luft, dass ferner durch das Kautschukventil das Zurücksteigen der Natronlauge, was beim Beginne wie dem nahen Ende der Stickoxydentwicklung droht, vermieden wird. —

Wer mit dem Reichardt'schen, von Tiemann acceptirten Zersetzungscolben arbeiten will, soll es nie unterlassen, sich jedesmal vor Zufließenlassen der Eisenchlorürlösung durch Herstellung eines Vacuums zu überzeugen, ob der Apparat keine Luft eindringen lässt. —

Bei einer volumetrischen Bestimmung der Salpetersäure in Form von Stickoxyd unter Anwendung von Natronlauge als Sperrflüssigkeit musste die Frage naheliegen: Ist besonders zur Bestimmung kleiner Mengen von Salpetersäure nicht zum Verdrängen der Luft die hierzu ihres hohen spec. Gewichtes wegen sehr taugliche, von Natronlauge leicht völlig absorbirbare reine Kohlensäure zu verwenden, wie schon Schlösing zu seinem Verfahren sich derselben bediente. — Versuche bewiesen, dass auf diesem Wege ebenso scharfe Resultate erhalten wurden, wie nach der Schulze'schen Methode. —

Allerdings konnte die aus dem gewöhnlichen Kohlensäureapparate, wobei Wasser als Sperrflüssigkeit dient, erhaltene Kohlensäure, wegen ihres Luftgehaltes nicht in Anwendung gebracht werden: es wurde daher mit Umgehung einer Sperrflüssigkeit unter Verwendung völlig ausgekochten Marmors mit Salzsäure in folgender Weise ein constanter Strom, von durch Natronlauge fast vollständig absorbirbarer Kohlensäure erhalten.

Ein 500 C.C. haltender Kochkolben (Fig. IV.) wurde $\frac{3}{4}$ mit erbsengrossen Stücken reinem Marmor gefüllt und darin mit Wasser lange Zeit ausgekocht, hierauf ein doppeldurchbohrter Kautschukpfropf aufgesetzt, durch dessen eine Oeffnung eine rechtwinklig gebogene Glasröhre bis auf den Boden reichte, durch die andere eine grössere Trichterröhre mit engem Halse, über deren in den Kolben hereinragendes Ende ein kleines Kautschukventil (wie oben beschrieben Fig. II.) gestülpt ist; an die rechtwinklig gebogene Glasröhre ist ein circa 20 Centm. langer etwas weiter Kautschukschlauch angebracht, der am Ende durch einen Quetschhahn verschlossen werden kann.

Durch Eingiessen von heissem Wasser in die Trichterröhre entfernt man zuletzt jede Spur Luft aus Kolben und Röhren und schliesst sodann den Quetschhahn. Wird nun die Trichterröhre mit ausgekochter Salzsäure angefüllt und der Quetschhahn geöffnet, so gelangt durch das Kautschukventil davon in dem Innern des Kolbens mit dem Marmor in Berührung und durch die beginnende Kohlensäureentwicklung wird sämmtliches noch heisse Wasser aus dem Kolben gepresst, worauf der Quetschhahn geschlossen wird und die Glasröhre bis nahe unter dem Pfropfen aus dem Kolben hervorgezogen. Mit der entstandenen Spannung im Kolben hemmt das sich schliessende Ventil der Salzsäure jeden Zufluss — erst bei Wiederöffnen des Quetschhahns und Aufhebung des Gasdruckes beginnt sofort tropfenweise Salzsäure nachzufliessen und über die Marmorstücke rinnend eine entsprechende Menge Kohlensäure zu entbinden.

Wo es sich darum handelt, absolut reine Kohlensäure zu erhalten, oder in Ermangelung von Marmor kann derselbe

Apparat mit ausgekochter Sodalösung gefüllt werden. Dann aber wird nur ein Drittel der Lauge etwa durch den Kohlendruck austreten gelassen; statt Salzsäure ist sodann aufs 3fache verdünnte Schwefelsäure vorzuziehen.

Als Zersetzungsgefäss wurden kleine Liebig'sche Trockenröhren gewählt und das Erhitzen in einem Glycerinbade vorgenommen.

Durch den einen Schenkel der Trockenröhre wird die Kohlensäure eingeleitet, an dem andern wird eine ebenfalls mit einem Kautschukventil verschlossene Gasentbindungsröhre angefügt. Nach Einfüllen des auf wenige C. C. abgedampften salpetersäurehaltigen Rückstandes wird im Glycerinbade bis zum Kochen erhitzt und etwas Kohlensäure durchgeleitet; hierdurch wird die Adhäsion der Luft an Wandungen bedeutend verringert und sie später leichter völlig entfernt. Man hebt nun die Trockenröhre aus dem Glycerinbade heraus und lässt halb erkaltet 4 höchstens 8 C. C., je nach Grösse der Röhre, der ausgekochten gesättigten, jedoch hier kalten Mischung von Eisenchlorür und Salzsäure zufließen und entfernt sodann durch längeres Hindurchleiten von Kohlensäure die Luft. Es ist leicht, sich davon zu überzeugen durch Eintauchen der Gasentbindungsröhre in die Natronlauge und Auffangen entsprechender Mengen in der Eudiometeröhre. Es wird hierauf die Messröhre über die Entwicklungsröhre gebracht, die Trockenröhre in das Glycerinbad und mit Erhitzen solange fortgefahren, als noch Stickoxyd übertritt. Der in der Röhre zurückbleibende Theil wird zuletzt durch nachströmende Kohlensäure noch übergetrieben, was an der völligen Absorption durch die Natronlauge wahrzunehmen ist. Zur Absorption der Kohlensäure, welche dem Stickoxyd beigemengt ist, lässt man hier etwas länger mit der Natronlauge in Contact, ehe eine Uebertragung in das Kühlwasser geschieht, auch verwendet man Natronlauge von grösserer Concentration, etwa 20 %. —

Die ganze Operation verläuft hier sehr ruhig, ohne die Unannehmlichkeiten der verschiedenen Druckverhältnisse;

die Zersetzungskolben dürfen jedoch nie mehr als kaum zur Hälfte angefüllt sein, um Ueberspritzen zu verhindern.

Die Resultate bleiben ganz constant. —

Einwenden liesse sich allein, dass beim Durchleiten der Kohlensäure zur Entfernung der Luft nach Hinzufügen der Eisenchlorürlösung etwas Stickoxyd verloren gehen könne; betrachtet man aber die hohe Zersetzungstemperatur, wie aus angeführten Versuchen hervorgeht, so scheint die Wahrscheinlichkeit gering und war es mir nicht möglich, solches in messbarer, die Resultate beeinflussender Weise zu constataren.

Zum Schlusse möge noch bemerkt sein, dass, welche Methoden auch zur Bestimmung der Salpetersäure in Form von Stickoxyd angewendet werden mögen, bei Berücksichtigung der kleinen Mengen kaum ausschliessbarer Luft, stets eine kleine Differenz im Resultate sich ergeben wird und zwar ein Minus bei den hier erläuterten Methoden. Bei meinen Versuchen schwankte das Minus zwischen 0,2 — 0,8 Millig. Salpetersäure. —

Da die Berechnung der dem gefundenen Stickoxyd entsprechenden Salpetersäure etwas zeitraubend ist, dürfte nachfolgende Tabelle erwünscht sein, mittelst welcher durch einfache Multiplication sich der Salpetersäuregehalt ergibt. z. B. Gefunden wurde:

5,2 C.C. Stickoxyd bei 730 M.M. Barometer und 17° Celsius;

$5,2 \times 2,138 = 11,12$ Millig. Salpetersäure, da 1 C.C. Stickoxyd bei 730 M.M. Barometerstand und 17° Cels. gleich 2,138 Millig. Salpetersäure entspricht.

Beiliegende Tafel mit den skizzirten Zeichnungen der Apparate mögen dem weniger geübten Arbeiter besseres Verständniss geben.

1 Cubikcentimeter Stickoxyd ist gleich Salpetersäure bei:

Temp. nach Celsius.	Barometerstand in Millimeter.										Temp. nach Celsius.
	720.	722.	724.	726.	728.	730.	732.	734.	736.	738.	
	Mllg.	Mllg.	Mllg.	Mllg.	Mllg.	Mllg.	Mllg.	Mllg.	Mllg.	Mllg.	
10°	2,177	2,183	2,189	2,195	2,202	2,208	2,214	2,220	2,226	2,232	10°
11°	2,167	2,173	2,179	2,185	2,192	2,198	2,204	2,210	2,116	2,222	11°
12°	2,157	2,163	2,169	2,175	2,182	2,188	2,194	2,200	2,106	2,212	12°
13°	2,147	2,153	2,159	2,165	2,172	2,178	2,184	2,190	2,096	2,202	13°
14°	2,138	2,143	2,150	2,155	2,162	2,168	2,174	2,180	2,086	2,192	14°
15°	2,128	2,134	2,140	2,145	2,152	2,158	2,164	2,170	2,076	2,182	15°
16°	2,118	2,124	2,130	2,135	2,142	2,148	2,154	2,160	2,066	2,172	16°
17°	2,108	2,114	2,120	2,126	2,132	2,138	2,144	2,150	2,056	2,162	17°
18°	2,098	2,104	2,110	2,116	2,122	2,128	2,134	2,140	2,046	2,152	18°
19°	2,088	2,094	2,100	2,106	2,112	2,118	2,124	2,130	2,036	2,142	19°
20°	2,078	2,084	2,090	2,096	2,102	2,108	2,114	2,120	2,026	2,132	20°
	740.	742.	744.	746.	748.	750.	752.	754.	756.	758.	
10°	2,238	2,244	2,250	2,256	2,263	2,269	2,275	2,281	2,287	2,293	10°
11°	2,228	2,234	2,240	2,246	2,252	2,259	2,265	2,271	2,277	2,283	11°
12°	2,218	2,224	2,230	2,236	2,242	2,248	2,255	2,260	2,266	2,273	12°
13°	2,208	2,214	2,220	2,226	2,232	2,238	2,244	2,250	2,256	2,263	13°
14°	2,198	2,204	2,210	2,216	2,222	2,228	2,234	2,240	2,246	2,253	14°
15°	2,188	2,194	2,200	2,206	2,212	2,218	2,224	2,230	2,235	2,242	15°
16°	2,178	2,184	2,189	2,196	2,202	2,208	2,214	2,220	2,225	2,232	16°
17°	2,168	2,174	2,179	2,186	2,191	2,197	2,204	2,209	2,215	2,222	17°
18°	2,158	2,163	2,169	2,175	2,181	2,187	2,193	2,199	2,205	2,211	18°
19°	2,147	2,153	2,159	2,165	2,171	2,177	2,183	2,189	2,195	2,201	19°
20°	2,137	2,143	2,149	2,155	2,161	2,167	2,173	2,179	2,185	2,191	20°
	760.	762.	764.	766.	768.	770.					
10°	2,300	2,306	2,312	2,318	2,324	2,330					
11°	2,290	2,295	2,302	2,307	2,313	2,319					
12°	2,280	2,285	2,291	2,297	2,303	2,309					
13°	2,269	2,275	2,281	2,287	2,293	2,299					
14°	2,259	2,264	2,270	2,276	2,282	2,288					
15°	2,249	2,254	2,260	2,266	2,272	2,278					
16°	2,238	2,244	2,250	2,256	2,262	2,268					
17°	2,228	2,234	2,240	2,246	2,252	2,258					
18°	2,218	2,223	2,229	2,235	2,241	2,247					
19°	2,207	2,213	2,219	2,225	2,231	2,237					
10°	2,197	2,203	2,209	2,215	2,221	2,227

Fig. I. Graduirtes Reagensglas zur Bestimmung der Salpetersäure mittelst Indigolösung.

Fig. II. Kautschukventil in natürlicher Grösse.

Fig. III. Modificirter Apparat nach Schulze.

a) Zersetzungskolben; b) Kautschukverbindung mit der Entwicklungsröhre; c) Quetschhahn; d) Kautschukventil; e) Graduirte Messröhre.

Fig. IV. Apparat mit Anwendung von Kohlensäure.

a) Kohlensäureentwicklungsapparat; b) Quetschhahn; c) Liebig'sche Trockenröhre im Glycerinbad d); e) Kautschukventil.