Zur titrimetrischen Bestimmung freier Säure bei Gegenwart von Eisensalzen bedient sich C. Ch. Ahlum¹⁾ eines Verfahrens, nach welchem das Eisen aus der Lösung entfernt und die Titration dann in der eisenfreien Lösung vorgenommen wird. Das Eisen wird mittels Dihydronatriumphosphats gefällt, das Eisenphosphat abfiltriert und das Filtrat mit Normallauge titriert. Bei der Fällung der Ferrisalze durch Dihydronatriumphosphat wird nach den folgenden Gleichungen eine gewisse Menge Säure frei, die eine Korrektur nötig macht.

Wird daher die Menge des vorhandenen Eisenoxys bestimmt, so ergibt die Differenz zwischen dem durch Titration ermittelten Säuregehalt und der dem Eisenoxyd nach vorstehender Formel äquivalenten Säuremenge den wahren Gehalt an freier Säure.

Kalzium-, Magnesium- und Ferrosalze beeinflussen die Bestimmung nicht, und die Methode kann bei der Analyse natürlicher Wasser, die Eisensalze und freie Säure enthalten, in Anwendung kommen.

III. Chemische Analyse organischer Körper.

Von

P. Dobriner unter Mitwirkung von A. Oswald.

2. Quantitative Bestimmung organischer Körper.

a. Elementaranalyse.

Für die quantitative Bestimmung der Halogene in organischen Verbindungen bedienen sich Vaubel und Scheuer²⁾ der Kjeldahl'schen Methode zur Zerstörung der organischen Substanzen mittels konzentrierter Schwefelsäure. Die Methode gab bei einer ganzen Reihe von Substanzen gute Resultate und erwies sich unter Beobachtung der mitgeteilten Bedingungen zu ausgedehnter Anwendung brauchbar. Die Ausführung der Bestimmungen erfolgte in einem Fraktionskolben von zirka 150—200 cc Inhalt, dessen seitliches Ansatzrohr schräg nach oben gerichtet und eventuell mit einer Kugel versehen ist, so dass es als Rückflusskühler dienen kann. Ausserdem ist das Ansatzrohr möglichst tief an den Kolbenhals angesetzt, um den Übergang der Halogene zu erleichtern; kurz vor dem Ende ist das Ansatzrohr rechtwinklig um-

¹⁾ Proceedings of the Chem. Society 22, 63.

²⁾ Chemiker-Zeitung 30, 167.

gebogen und durch eine Schliffstelle mit einer Volhard'schen Vorlage verbunden. Die Schwefelsäure wird durch einen bis auf den Boden des Kolbens reichenden Scheidetrichter eingeführt; die Verbindung zwischen Kolben und Trichter geschieht am besten durch einen Glasstopfen. Die Volhard'sche Vorlage ist mit Silbernitratlösung beschickt.

0,2—0,5 g Substanz werden in den sorgfältig getrockneten Kolben eingewogen, wobei das Verstäuben der Substanz in dem Halse des Fraktionskolbens möglichst vermieden werden muss; dann wird der Apparat zusammengesetzt. Durch den Scheidetrichter lässt man 30—50 cc konzentrierte Schwefelsäure einfließen, schliesst den Hahn und erwärmt ganz allmählich. Je nach Flüchtigkeit und Zersetzlichkeit der Substanz wird gleichzeitig oder erst gegen Schluss der Reaktion ein schwacher Luftstrom, durch den Scheidetrichter eintretend, durchgesogen. Um nun Jod oder auch Brom oder Chlor, falls sie als freies Element überdestillieren, nur als Halogensilberverbindung zu erhalten, vermehrt man die Menge der entstehenden schwefligen Säure durch Zusatz von halogenfreiem Filtrierpapier, welches man nach der Substanz in den Zersetzungskolben einbringt.

In der Vorlage scheidet sich neben dem Halogensilber auch eine grössere Menge schwefligsaures Silber ab, welches man nach Beendigung des Versuches durch Kochen mit 50 cc konzentrierter Salpetersäure in Lösung bringt; dann wird entsprechend verdünnt und schliesslich das Halogensilber abfiltriert.

Diese Methode ist nicht anwendbar bei leicht flüchtigen und dabei wenig angreifbaren Körpern wie Chloroform, Tetrachlorkohlensstoff, Chloral, Mono- und Trichloressigsäure und Tetrachlorphtalsäure.

Der oben beschriebene Apparat ist von Ehrhardt und Metzger Nachfolger in Darmstadt zu beziehen.

b. Bestimmung näherer Bestandteile.

Für die Bestimmung der Karbonylgruppe in Aldehyden und Ketonen hat W. Smith jun.¹⁾ die ursprünglich von H. Strache²⁾ angegebene Methode in einigen Punkten abgeändert. Statt eines Dampfstromes dient ein Kohlensäurestrom zum Übertreiben des Stickstoffs in die Messröhre; um dabei eine Einwirkung der Kohlensäure auf die in dem Zersetzungskolben befindliche Fehling'sche Lösung zu verhindern,

¹⁾ Chem. News **93**, 83.

²⁾ Vergl. diese Zeitschrift **31**, 573 u. 723.