filtrirte das Arsenpentasulfid ab, wusch einmal mit Salzsäure aus, dann mit Wasser und schliesslich mit Alkohol. Ich erhielt so 0,1754 g reines Arsenpentasulfid statt der berechneten 0,1755 g.

In dieser Weise lässt sich das Arsen in vielen häufig vorkommenden Fällen rasch und genau trennen und bestimmen, in welchen man bisher zu langwierigeren und weniger genauen Methoden seine Zuflucht nehmen musste.

Princeton University, Princeton, N. J., U. S. A.

Bestimmung des Stickstoffs in der Nitrocellulose.

Von

Eduard von Keussler,

Chemischer Director der einzigen Privat-Pyroxilin-Fabrik in Russland „Silotwor“.

Um Bestimmungen des Stickstoffs in der Nitrocellulose möglichst bequem und in kurzer Zeit eine grössere Anzahl machen zu können, habe ich das von F. Hess¹⁾ modificirte Lunge'sche Verfahren weiter abgeändert.

Ich bediene mich zu diesen Stickstoff-Bestimmungen des Hofmann'schen Eudiometers, dessen Ende b ich trichterförmig erweitert habe (Fig. 3.)

Die Nitrocellulose (0,15 bis 0,16 g) wäge ich in einer Hülse aus Cigarrettenpapier und werfe die sorgfältig zusammengebogene Patrone so ein, dass dieselbe in den Arm A des Apparates zu liegen kommt. Dann fülle ich das Eudiometer mit Quecksilber an, schliesse den Hahn a und lasse aus dem Arme B durch den Hahn c Quecksilber ablaufen, um auf diese Weise die in der Patrone befindliche Luft herauszupumpen. Die Patrone mit der gewogenen Menge Nitrocellulose kommt unterhalb der im Eudiometer eingeschmolzenen Platindrähtchen zu liegen und ist von Quecksilber allseitig umgeben.

Nachdem sich im Arm A möglichst viel Luft angesammelt hat, füllt man den Arm B mit Quecksilber und drängt die angesammelte

Fig. 3.

¹⁾ Diese Zeitschrift 22, 128.

Luft durch Hahn a hinaus. Diese Procedur muss mehrmals wiederholt werden. Ist der grösste Theil der Luft aus der Patrone entfernt, so giesst man mit einer Pipette 5 cc Schwefelsäure in die trichterförmige Erweiterung bei b und lässt durch Oeffnen des Hahnes c so viel Quecksilber abfliessen, als Schwefelsäure hinzukommt. Tritt nun die Schwefelsäure in Berührung mit der Patrone, welche die gewogene Menge Nitrocellulose enthält, so entsteigen derselben gewöhnlich noch ein paar kleine Luftbläschen, die man dann durch Nachfüllen des Armes B mit Quecksilber herausdrängen kann. Ist der Apparat auf diese Weise zur Analyse fertig gestellt und der Hahn a geschlossen, so wartet man circa 10 Minuten, bis die Nitrocellulose von der Schwefelsäure gelöst ist. Jetzt schüttelt man den Apparat in folgender Weise: Man schliesst mit der inneren Handfläche der rechten Hand das offene Ende des Armes B und nimmt das trichterförmige Ende des Armes A zwischen den zweiten und dritten Finger, während der Daumen den Hahn a andrückt. Das untere Ende des Eudiometers mit dem Stativ wird von der linken Hand in der Weise gehalten, dass das Stück des Statives gleich unterhalb des Eudiometers zwischen den dritten und vierten Finger zu liegen kommt, während der Daumen das Eudiometer in der Krümmung an das Stativ drückt.

Nun hält man den Apparat in möglichst verticaler Richtung und vollführt kräftige aber kurze Stösse nach oben hin. Das Quecksilber kommt so in vielfache Berührung mit der in Schwefelsäure gelösten Nitrocellulose. Nach einem solchen Schütteln stellt man den Apparat auf den Tisch und entlässt, je nach dem Quantum des entwickelten Stickoxydes, Quecksilber aus dem Arme B. Wenn nach kräftigem Schütteln keine Volumzunahme an Stickoxyd stattfindet, ist der Process beendet und kann in bekannter Weise, nachdem der Apparat abgekühlt und das Niveau eingestellt ist, zur Berechnung der Analyse geschritten werden.¹⁾

Der Vorzug, den das von mir beschriebene Verfahren für Untersuchungen von festen Nitroverbindungen hat, liegt meiner Meinung nach darin, dass erstens ein Verlust an Stickoxyd unmöglich, dann ein Zutritt von Luft ausgeschlossen ist, und endlich die Schwefelsäuremenge auf ein Minimum reducirt werden kann.

¹⁾ Man messe die Höhe der Schwefelsäureschicht und dividire deren Betrag durch 6,5, um die Höhe der gleich starken gegendrückenden Quecksilbersäule zu finden.

Da das fabrikmässig hergestellte Pyroxylin meist eisenhaltig ist und da in eisenhaltiger Schwefelsäure Stickoxyd nicht unlöslich ist, so empfiehlt es sich, möglichst wenig Schwefelsäure zur Stickstoffbestimmung in Anwendung zu bringen.

Die Resultate der Stickstoffbestimmungen mit diesem Apparate stimmen unter einander fast absolut überein, wie Jeder, der den Versuch machen will, sich leicht überzeugen kann.

Die Cigarrettenhülsen beziehe ich von Koilu & Comp., St. Petersburg, Newsky Prospect 82. Dieselben sind ohne Klebstoff auf mechanischem Wege hergestellt und entwickeln mit Schwefelsäure bei Gegenwart von Quecksilber keine Gase.

Unterschwefligsaures Natrium und übermangansaures Kalium.

Ein maassanalytischer Versuch.

Von

C. Luckow.

Wenn man verschiedene Mengen einer Lösung von unterschwefligsaurem Natrium von bekanntem Gehalt mit so viel von einer Lösung von übermangansaurem Kalium von bekanntem Titer versetzt, dass nach dem Ansäuern der Mischung mit verdünnter Schwefelsäure oder Salpetersäure, oder nach dem Zusatz von Kalium- oder Natriumhydratlösung, nach dem Erhitzen und Kochen der Mischung übermangansaures Kalium oder die höheren Oxyde des Mangans noch in der Lösung vorhanden sind, und man dann in der sauren oder angesäuerten alkalischen Lösung das im Ueberschuss zugesetzte übermangansaure Kalium mit einer gleichwerthigen Oxalsäurelösung zurücktitirt, so erhält man für gleiche Mengen unterschwefligsauren Natriums auch gleiche Mengen von der zur Oxydation benutzten Lösung des übermangansauren Kaliums.

Aus dieser Uebereinstimmung geht hervor, dass die Oxydation des unterschwefligsauren Natriums durch übermangansaures Kalium sowohl in der sauren wie in der alkalischen¹⁾ Lösung nach bestimmten Regeln in gleicher Weise verläuft und dass sie in diesem Falle auch geeignet ist, zu maassanalytischen Zwecken eine entsprechende Verwendung zu finden.

¹⁾ Die alkalischen Lösungen dürfen nur kurze Zeit gekocht werden.