Etwa 0,5 g Substanz werden in ein Stöpselglas von circa 100 cc Inhalt gebracht, etwa 30 cc Wasser hinzugefügt und die nöthige Menge Brom, circa 4 cc, auf einmal zugegeben. *) Man schliesst nun rasch den Stöpsel und schüttelt 5 Minuten lang. Die Flüssigkeit erwärmt sich bei den angegebenen Mengen kaum. Die Oxydation ist beendet, wenn alles Brom in Lösung gegangen ist, oder wenn sich kein pulverförmiger Schwefel mehr an den Wänden der Flasche emporzieht. Man spült dann die Lösung in eine flache Porzellanschale, lässt den grössten Theil des Broms sich in der Kälte verflüchtigen, stumpft die Lösung in einem Becherglase mit Ammon ab, ohne dass ein bleibender Niederschlag entsteht, giesst sie dann in heisses, überschüssiges Ammon, welches sich in einer Platinschale befindet und digerirt 10—15 Minuten lang über einer kleinen Flamme. Hierauf filtrirt man, säuert das Filtrat schwach mit Salzsäure an, fällt die heisse, verdünnte **) Lösung mit Chlorbaryum und reinigt und wägt den schwefelsauren Baryt in bekannter Weise.

Die von dem Verfasser nach diesem Verfahren und durch Schmelzen derselben Substanz mit einem Gemisch von Soda und Salpeter ausgeführten Schwefelbestimmungen zeigen sehr befriedigende Uebereinstimmung. Benutzt man jedoch zu dem Aufschluss, wie besprochen, Brom, so ist eine gleichzeitige Bestimmung des Eisens nicht möglich, da sich mit den entweichenden Bromdämpfen bereits in der Kälte Eisen verflüchtigt.

Eine Bestimmung der Salpetersäure gründet J. West-Knights ***) auf die Reduction derselben durch nascirenden Wasserstoff in saurer Lösung. Löst man ein salpetersaures Salz in Wasser und fügt Schwefelsäure und Zink zu, so geht die Salpetersäure zunächst in salpetrige Säure und schliesslich nach längerer Einwirkung in Ammoniak über. Von der Vollständigkeit der Ueberführung der salpetrigen Säure in Ammoniak überzeugt man sich oder misst eventuell kleine Reste der nicht reducirten salpetrigen Säure, indem man aus einer Bürette $\frac{1}{10}$ Normal-Chamäleonlösung zufließen lässt, bis bleibende Färbung ein-

*) Der Bromzusatz muss auf einmal geschehen, weil sonst Schwefelwasserstoff entweicht.

**) Bodewig verdünnt so weit, dass auf 1 g zu erwartenden schwefelsauren Baryt 1 Liter Flüssigkeit kommt.

***) The Analyst 6, 217.

tritt. Die so zur Bestimmung gelangende salpetrige Säure soll jedoch höchstens 1 cc der $\frac{1}{10}$ Normal-Chamäleonlösung erfordern.

Die Ausführung der Methode ergibt sich aus folgendem Beispiel:

0,5 g reinen salpetersauren Kalis wurden in ungefähr 80 cc Wasser gelöst, 10 cc verdünnte Schwefelsäure*) zugefügt und in die Lösung eine 15 cm lange Zinkstange gestellt. Nach zwölfstündiger Einwirkung setzte man aufs Neue 5 cc verdünnte Schwefelsäure zu, nahm nach Verlauf einer halben Stunde die Zinkstange heraus, spülte sie mit Wasser ab und prüfte nun mit übermangansaurem Kali, wie weit die Reduction vollständig sei. Das gebildete Ammoniak wurde dann nach Uebersättigen mit Natronlauge überdestillirt und mittelst vorgelegter Normalsäure in gewohnter Weise bestimmt.

Jeder zur Neutralisation des Ammoniaks verbrauchte Cubikcentimeter der Normalsäure zeigt 0,101 g, respective der $\frac{1}{10}$ Normal-Chamäleonlösung 0,00505 g salpetersaures Kali an.

Bei Anwendung von 0,5 g salpetersauren Kalis ergaben die Beleg-

analysen	0,505 g	0,494 g
	0,499 <	0,496 <
	0,505 <	0,494 <

III. Chemische Analyse organischer Körper.

Von

W. Fresenius.

1. Qualitative Ermittlung organischer Körper.

Ueber die Spectren der Kohlenstoffverbindungen haben G. D. Liveing und J. Dewar**) abermals eine ausführliche Abhandlung veröffentlicht, auf welche ich hier nur aufmerksam machen kann.***)

Zur Unterscheidung primärer und secundärer Amine und Phosphine von den tertiären. H. Gal†) hat die Einwirkung des Zinkäthyls auf verschiedene Amine und Phosphine untersucht und gefunden, dass wenn eine primäre oder secundäre Verbindung vorliegt, eine Um-

*) 1 Theil concentrirte Schwefelsäure und 3 Theile Wasser.

) Chem. News **46, 293.

***) Vergl. auch diese Zeitschrift **21**, 270 und 574.

†) Bulletin de la société chimique de Paris **39**, 582.