Menge der halbgebundenen Kohlensäure ist gleich der der gebundenen und die freie ergibt sich, wenn man die Summe der gebundenen und halbgebundenen von der Gesamtkohlensäure abzieht. H. F.

Zur Bestimmung der Salpetersäure und salpetrigen Säure. Die

Fig. 8.

von Crum herrührende Methode zur Bestimmung der genannten Säuren, welche auf der Reduction derselben durch Quecksilber bei Anwesenheit concentrirter Schwefelsäure und Messen des gebildeten Stickoxydes beruht,*) ist in letzterer Zeit wieder von Davis**) und von G. Lunge***) empfohlen worden, insbesondere auch zur Bestimmung der Säuren des Stickstoffs in der Schwefelsäure der Fabriken (Nitrose, Säure aus den Gay-Lussac-Thürmen).

Lunge bedient sich zur Ausführung der Methode eines von ihm angegebenen und Nitrometer genannten Apparates, welcher der Bunte'schen Gasbürette†) in mancher Hinsicht ähnlich ist. Fig. 8 veranschaulicht den Apparat. Der Haupttheil desselben ist ein in $\frac{1}{5}$ resp. $\frac{1}{10}$ cc getheiltes, etwas mehr als 50 cc fassendes Rohr a, welches oben in einen mit Glashahn versehenen Trichter endigt. Der Hahn hat eine

*) Vergl. hierzu diese Zeitschrift **19**, 84 und **8**, 496.

) Chem. News **37, 45.

***) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. z. Berlin **11**, 434.

†) Vergl. diese Zeitschrift **17**, 332.

gerade Bohrung von oben nach unten, durch welche der Trichter mit dem Messrohr in Verbindung gesetzt werden kann und eine zweite, gekrümmte Bohrung, mittelst deren man den Inhalt des Trichters seitlich ablaufen lassen kann. Das untere, verjüngte Ende des Messrohres ist durch einen dickwandigen Kautschukschlauch mit einem einfachen Glasrohr verbunden, welches annähernd denselben Inhalt und Durchmesser hat wie das Messrohr. Beide Röhren sind durch Klammern an einem Stativ befestigt wie die Figur zeigt.

Beim Arbeiten mit dem Apparat stellt man b so, dass sein unteres Ende etwas höher steht als der Hahn von a und giesst bei offenem Hahne Quecksilber durch b ein, bis es eben in den Trichter von a eingedrungen ist. Man schliesst dann den Hahn, lässt das noch im Trichter befindliche Quecksilber durch die seitliche Bohrung abfliessen, stellt b tiefer und bringt nun die mit Salpetersäure resp. salpetriger Säure beladene Schwefelsäure mittelst einer Pipette in den Trichter; selbstverständlich muss die Menge der Säure so bemessen werden, dass die Messröhre im Stande ist das entwickelte Stickoxyd zu fassen. Man lässt die Säure dann durch vorsichtiges Oeffnen des Hahnes in a einlaufen (Luft darf natürlich nicht mitgerissen werden) und spült den Trichter zweimal mit concentrirter reiner Schwefelsäure nach. *) Nun nimmt man das Rohr a aus der Klammer und schüttelt es wiederholt durch; nach 1—2 Minuten ist die Reaction beendet. Der beim Schütteln entstandene Schaum verschwindet in der Regel in kurzer Zeit. Man liest dann das Volum des Stickoxyds ab, nachdem man durch Verschieben von b das Quecksilber in beiden Röhren auf gleichen Stand gebracht hat; für die Schwefelsäureschicht subtrahirt man die entsprechende Quecksilberhöhe vom Barometerstande. **)

Nach des Verfassers Angaben liefert dieses Verfahren auch bei Gegenwart von reducirenden Substanzen (arsenige Säure, Glykose etc.)

*) Es ist nicht rathlich mehr als 8—10 cc Säure in dem Apparat zu haben; viel besser ist es, wenn man weniger z. B. 4—5 cc im Ganzen anwendet; jedenfalls aber muss ein Ueberschuss von starker Schwefelsäure vorhanden sein, wenn die Reaction gelingen soll.

) Lunge hat für den Gebrauch des Nitrometers besondere Tabellen zur Reduction eines Gasvolums auf Normaltemperatur und Normalbarometerstand veröffentlicht (Dingler's polyt. Journ. **231, 522). Auf diese Tabellen, welche auch sonst bei gasanalytischen Arbeiten zweckmässig benutzt werden können, verfehle ich nicht hierdurch aufmerksam zu machen. H. F.

genaue Resultate *) und lässt sich deshalb allgemein anwenden, namentlich auch zur Bestimmung der Salpetersäure und salpetrigen Säure im Brunnenwasser. Für diesen Fall empfiehlt der Verfasser folgendermaassen zu operiren. Eine hinreichende Menge des Wassers wird bis fast zur Trockne verdampft, etwas Schwefelsäure zugefügt um die Carbonate zu zersetzen, die Kohlensäure durch gelindes Erwärmen ausgetrieben und die Flüssigkeit, welche nicht über 2—3 cc betragen sollte, in das Rohr a eingeführt. Man wäscht mit Schwefelsäure nach, welcher schon vorher etwas Wasser zugesetzt worden ist, um erhebliche Erhitzung innerhalb des Apparates zu vermeiden, und verfährt weiter wie angegeben.

Ueber die Absorption des Stickoxydes durch Eisenoxydulsalze hat J. Gay **) Untersuchungen angestellt, welche zu folgenden Resultaten führten. Die Menge des von schwefelsaurem Eisenoxydul absorbirten Stickoxydes hängt von der Temperatur und von der Spannung ab. Unter Atmosphärendruck erhält man bei 8° das Verhältniss $3(\text{FeO}, \text{SO}_3) + 2\text{NO}_2$, von da bis zu 25° nur noch $4(\text{FeO}, \text{SO}_3) + \text{NO}_2$ und bei 25° das Verhältniss $5(\text{FeO}, \text{SO}_3) + 2\text{NO}_2$. Durch Einleiten von Wasserstoff wird das Stickoxyd völlig ausgetrieben.

III. Chemische Analyse organischer Körper.

Von

H. Fresenius.

1. Qualitative Ermittlung organischer Körper.

Zur Erkennung kleiner Mengen Wasser im Alkohol empfiehlt Henry G. Debruwell ***) übermangansaures Kali, welches seinen Beobachtungen zu Folge in absolutem Alkohol ganz unlöslich ist. Versetzt man 10 cc absoluten Alkohols mit einem Tropfen Wasser und fügt übermangansaures Kali zu, so wird etwas davon aufgelöst, wie man an der

*) Vergleiche hierzu die von Warrington mit der Crum'schen Methode gemachten Erfahrungen, diese Zeitschrift **19**, 84.

) Compt. rend. **89, 410.

***) Am. Journ. of Pharm. und Arch. Pharm. [3 R.] **15**, 535.