Eisenchloridlösung als Reagens auf Jod. Wie bekannt, löst sich Jod in gewissen aber veränderlichen Mengenverhältnissen, sei es durch Zerreiben, sei es in der Siedehitze, in gerbstoffhaltigen Flüssigkeiten auf, in welchen es durch gewöhnliche Reagentien nicht mehr zu erkennen ist. *) Tessier **) hat nun gefunden, dass sich die bekannte Fähigkeit des Eisenchlorids, Jod aus seinen Lösungen abzuscheiden, auch hier mit Vortheil verwenden lässt. Wenn nämlich einer solchen zugleich jod- und tanninhaltigen Flüssigkeit bei 30° R. einige Tropfen einer neutralen Eisenchloridlösung zugesetzt werden, so wird das Jod sofort frei und kann erkannt werden, wenn man einen inwendig mit Stärkekleister bestrichenen kleinen Glastrichter verkehrt über das Gefäss stellt. Statt dieser Combination kann man auch zwei aufeinander gelegte Uhrgläser benutzen.

Bestimmung der Salpetersäure. Zur Bestimmung der Salpetersäure im Brunnenwasser schlägt F. Schulze ***) neuerdings nachstehende Modification des Schlösing'schen Verfahrens vor.

Das zuvor durch Eindampfen einigermaassen concentrirte Wasser bringt man in ein mit einer Gasleitungsröhre verbundenes Kölbchen, treibt durch Kochen die Luft aus und verschliesst mittelst eines Kautschukverschlusses luftdicht. Den nach einiger Zeit im Inneren durch Abkühlung entstandenen verminderten Druck benutzt man zur Einführung von etwas Salzsäure und Eisenchlorürlösung durch das Gasleitungsrohr. Das in Folge davon gebildete Stickoxydgas wird durch Kochen in ein Messrohr (von Geissler in Bonn zu diesem Zwecke construirt) übergetrieben und gemessen. Die dem Gase allenfalls noch beigemengte geringe Quantität Stickgas ermittelt man durch Absorption des Stickoxyds mit Eisenchlorürlösung. Nach den bisherigen Beobachtungen involviren die im Wasser enthaltenen organischen Substanzen keine wesentlichen Fehler des Verfahrens und der durch die Tension der mit überdestillirenden Salzsäure bewirkte Fehler in der Messung des Gasvolumens wurde zu gering gefunden, um deshalb irgend welche Abänderung des Verfahrens für nöthig zu halten.

Auf Seite 91 dieses Jahrganges unserer Zeitschrift ist über ein Verfahren zur Bestimmung der Salpetersäure berichtet, welches A. Wagner

*) Siehe diese Zeitschr. 6, 447.

**) Schweizer, Wochenschr. f. Pharm. 1871, p. 285.

***) N. Repert. d. Pharm. 20, 700.

angegeben hat. Dasselbe gründet sich darauf, dass beim Schmelzen von Salpeter mit kohlensaurem Natron und Chromoxyd unter Luftabschluss eine der vorhandenen Salpetersäure entsprechende Quantität von Chromsäure einerseits und eine verhältnissmässige Menge Stickoxyd andererseits gebildet wird.

Während der Verfasser damals empfahl, die bei diesem Prozess gebildete Chromsäure zu bestimmen und daraus die Salpetersäure zu berechnen, macht er in einer neuen Veröffentlichung*) darauf aufmerksam, dass man die Menge der Salpetersäure eben so gut durch Bestimmung des gebildeten Stickoxyds finden könne. Wagner räth jedoch nicht, wie dies in der oben besprochenen Abhandlung Schulze thut, das Stickoxyd zu messen, sondern er oxydirt das Stickoxyd vermittelst Sauerstoffs zu Salpetersäure, lässt dieselbe durch Normal-Natronlauge absorbiren und bestimmt deren Ueberschuss mit Normalschwefelsäure.

Die Ausführung des Versuches ist sehr einfach. In eine hinten zugeschmolzene Glasröhre gibt man etwa $\frac{3}{4}$ Grm. doppeltkohlensaures Natron, hierauf in entsprechendem Abstand das Gemenge von abgewogenem Salpeter (etwa 0,5 Grm.), ungefähr 3 Grm. Chromoxyd und 1 Grm. kohlensaures Natron. An das offene Ende der Röhre wird ein Gasleitungsröhrchen befestigt. Zum Auffangen des entweichenden Stickoxydgases dient ein Glaszylinder (oder auch ein starkwandiger Glaskolben) von mindestens 300 CC. Inhalt, welcher mit Quecksilber gefüllt in der Quecksilberwanne umgestürzt ist.

In diesen Cylinder lässt man eine abgemessene, ausreichende Menge verdünnter Normalnatronlauge aufsteigen und dann noch etwa 100 CC. reines Sauerstoffgas.

Nachdem durch kurzes Erhitzen des doppeltkohlen sauren Natrons die Luft aus der Röhre verdrängt ist, bringt man die Gasleitungsröhre in die Quecksilberwanne unter die Oeffnung des Cylinders. Durch zehnminutenlanges Erhitzen der Röhre ist die Reaction beendet und man treibt dann schliesslich den noch in der Röhre befindlichen Rest von Stickoxyd durch Erhitzen des doppeltkohlen sauren Natrons in den Cylinder über. Man führt nun noch einen Ueberschuss von Sauerstoff in das Absorptionsgefäss ein und lässt eine Viertelstunde unter häufigem Umschütteln stehen. Die Normalnatronlauge hat dann die entwickelte Kohlensäure, sowie die aus dem Stickoxyd regenerirte Salpetersäure

*) Dingl. polytechn. Journ. 201, 420.

absorbirt. Letztere wird wie oben durch Titriren mit Normalschwefelsäure bestimmt.

Bei Bestimmungen mit reinem Salpeter erhielt Verfasser gut stimmende Zahlen.

Die Gegenwart organischer Substanzen beeinträchtigt die Genauigkeit der Methode natürlich sehr. Dieselben lassen sich jedoch, wenn sie im Verhältniss zur Salpetersäure nicht zu sehr überwiegend sind, nach dem Verfasser auf folgende Art entfernen, die besonders zur Untersuchung von Trinkwassern auf Salpetersäure bei Gegenwart organischer Substanzen geeignet sein dürfte. Das Wasser wird nach Zusatz von kohlensaurem Natron und chemisch reinem übermangansaurem Kali gekocht und eingedampft. Die organischen Substanzen werden hierdurch theils zerstört, theils in Oxalsäure verwandelt, welche letztere dann durch übermangansaures Kali nach dem Ansäuern mit Schwefelsäure ebenfalls leicht zerstört wird. Stellt man dann durch Barytwasser die alkalische Reaction wieder her und dampft mit kohlensaurem Natron zur Trockne, so ist der Rückstand zur Untersuchung nach der eben besprochenen Methode geeignet.

Verfahren zur Bestimmung der bei der Explosion des Nitroglycerins sich entwickelnden Gase. Wollte man grössere Mengen von Nitroglycerin im Eudiometer mit Knallgas mittelst des electrischen Funkens explodiren lassen, so würde unfehlbar der Apparat zertrümmert werden; mit kleineren Quantitäten Nitroglycerins kann man jedoch wie L. L'Hôte*) gefunden hat, die Operation gefahrlos vornehmen. Das Nitroglycerin wird zu dem Ende mittelst einer Pipette mit capillarer Spitze in kleine hohle Perlen von dünnem Glase gefüllt, welche 5—6 Milligramme davon fassen.

Zur Ausführung der Analyse bringt man zunächst 10 CC. electrolytisches Knallgas, dann die das Nitroglycerin enthaltende Perle in das Eudiometer und lässt hierauf den elektrischen Funken durchschlagen; das Nitroglycerin detonirt und liefert eine messbare Gasmenge, welche in gewöhnlicher Weise analysirt werden kann.

Auch für die Analyse der bei der Detonation anderer, namentlich zusammengesetzter explosiver Substanzen, sich bildenden Gase wird man dieses Verfahren anwenden können. Von pikrinsaurem Kali z. B. kann man, wie der Verfasser angibt, 20—25 Milligramme der Operation unterwerfen.

*) Compt. rend. 73, 1013.