

Ueber die Verwendung eines einfachen Apparates bei der Stickstoff-Bestimmung nach Kjeldahl.

Von

Dr. Fritz Pregl,

Assistent am physiologischen Institute in Graz.

Um das Zurücksteigen der vorgelegten Schwefelsäure beim Abdestilliren des Ammoniaks, welches insbesondere dann leicht eintritt, wenn man vorsichtig mit kleiner Flamme destillirt, zu verhüten, sind bisher verschiedene Mittel in Anwendung gekommen. So brachte man zum Beispiel im absteigenden Theil des Destillationsrohres eine kugelige Erweiterung an, die gegebenen Falles die zurücksteigende Schwefelsäure aufnehmen sollte: es dürfte aber bei einer plötzlich auftretenden Druckverminderung, etwa in Folge Auslöschens der Flamme oder eines Luftzuges, trotzdem die Möglichkeit eines Zurückschleuderns von Schwefelsäure nicht ganz ausgeschlossen sein. Man hat ferner die Säure in einer dicht angeschlossenen Péligot'schen Röhre vorgelegt, was gegen das Zurücksteigen wohl vollkommen schützt, aber die Unbequemlichkeit des Umgießens und Nachspülens der Säure oder die der Titration in der Péligot'schen Röhre selbst nach sich zieht.

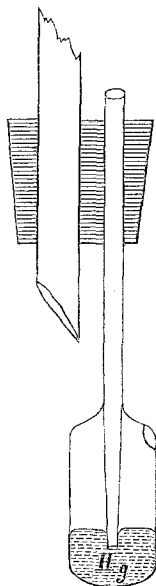
Ferner hat man, wie zum Beispiel bei einem von der Firma Dr. Peters u. Rost in den Handel gebrachten Destillationsapparate, einen Glasbahn angebracht, durch den man im Falle einer Druckverminderung Luft in das Innere des Apparates einlassen kann, welcher also die Anwesenheit einer beaufsichtigenden Person erfordert.

Schon vor Jahren habe ich mir einen kleinen Apparat angefertigt, der dies automatisch besorgt. Durch die weitere Bohrung des Kautschukstopfens, welcher den Destillationskolben verschliesst, geht wie gewöhnlich der die Schaumkugel tragende aufsteigende Theil des Destillationsrohres. Durch die zweite, engere ist die Glasröhre des aus nebenstehender Figur 15 ohne weiteres verständlichen automatischen Quecksilberventiles gesteckt, welches bis nahe an die Mitte des Kolbens in dessen Inneres hineinragt. Sobald im Inneren des Apparates eine derartige Druckverminderung eintritt, dass der Gegendruck eine etwa 5 cm hohe Wassersäule zu heben vermag, strömt durch das Quecksilberventil mit leise knatterndem Geräusche Zimmerluft ein, in der entgegengesetzten Richtung aber bewirkt das Ventil einen vollständigen Abschluss. Es ist am vortheilhaftesten, die Menge des Quecksilbers so zu bemessen, dass

die Spitze des Glasröhrchens etwa 2 mm unter das Niveau des Quecksilbers eintaucht. Dieser Apparat functionirt so sicher, dass man bei Anwendung einer kleinen Flamme und bei Zusatz von Talk an Stelle von Zinkstaub, nach der Angabe von Argutinsky auf Kühlung überhaupt ganz und sogar auch auf die Schaumkugel verzichten kann. Auf diese einfache Weise erhielt ich aus reinem Harnstoff 46,69 % N, während die Theorie 46,71 % fordert. Der Hauptvorthail ist aber, dass man sich nach dem Anstecken der Flamme unter dem Destillationskolben und Ingangsetzung der Destillation um dieselbe bis zu ihrer Beendigung überhaupt nicht mehr zu kümmern braucht.

Herr Gustav Eger, Glasbläser in Graz (Mayffredygasse), verfertigt diese Quecksilberventile.

Fig. 15.



Mittheilungen aus dem chemischen Laboratorium Fresenius zu Wiesbaden.

Tabelle zur Berechnung von Oleum-Analysen.

Von

L. Grünhut.

Den Gehalt des Oleums an Schwefeltrioxyd bestimmt man derart, dass man zunächst die Gesamt-Acidität der betreffenden Probe volumetrisch ermittelt und dieselbe auf SO_3 berechnet. Den so gefundenen Betrag zieht man von 100 ab und erfährt auf diese Weise den Wassergehalt der Probe. Man berechnet, wieviel SO_3 mit dieser Wassermenge zu Schwefelsäure (H_2SO_4) verbunden ist und zieht diesen Betrag von dem Gesamt- SO_3 ab; die Differenz gibt den Trioxyd-Gehalt der Oleumprobe an.¹⁾ Man kann natürlich eben so gut die Gesamt-Acidität in

¹⁾ Vergl. R. Fresenius, Anleitung zur quantitativen chemischen Analyse. 6. Aufl. 2, S. 565.