

Schliesslich machte Fuchs auch Versuche mit der Verbindung, die durch Fällung der angesäuerten Eiweisslösung durch Platinchlorid gebildet wird und die Commaile*) zur Aequivalentbestimmung des Albumins benutzte. Der durch Decantiren und nachher auf dem Filter ausgewaschene, bei 100° getrocknete Niederschlag gab im Mittel von 7 Bestimmungen 7,95 % Platin. Ein Niederschlag von anderer Bereitung gab im Mittel von 6 Bestimmungen 8,77 % Platin; derselbe bei 50° getrocknet 7,6 % Platin. Das Mittel von diesen drei Bestimmungen ist 8,10, eine Zahl, die mit der von Commaile gefundenen 8,02 gut stimmt. Fuchs hält daher die Platinverbindung des Albumins für am geeignetsten zur Bestimmung des Albuminaequivalents. -

IV. Specielle analytische Methoden.

Von

W. Casselmann und C. Neubauer.

1. Auf Lebensmittel, Handel, Industrie, Agriculture und Pharmacie bezügliche.

Von

W. Casselmann.

Ueber die Bestimmung der Salpetersäure im Brunnenwasser. H. Fleck**) hat, ausgehend von der Annahme, dass im Brunnenwasser die Salpetersäure hauptsächlich an Kalk und Magnesia, in den seltensten Fällen an Alkalien gebunden sei, eine Methode zur Bestimmung der Salpetersäure beschrieben, welche auf der Thatsache beruht, dass eine Auflösung von schwefelsaurem Kali, mit einer solchen von salpetersaurem Kalk gemengt, die Bildung von Gyps und Kalisalpeter bedingt und dass letzterer nach Verdampfung seiner Lösung beim Glühen mit organischen Körpern in kohlen-saures Kali übergeht, welches maassanalytisch bestimmt werden kann.

Der Verfasser verdampft 1 Liter des Wassers auf nahezu 30 CC. in einem geräumigen Porcellantiegel, dessen Wandungen durch Flusssäure

*) Moniteur scientif. October 1866.

**) Journ. f. prakt. Chem. Bd. 108, p. 53.

möglichst glasurfrei gemacht worden sind, trennt den abgeschiedenen kohlen-sauren Kalk und etwaige andere Rückstände durch Filtration, wäscht gut aus und verdampft die gesammte Flüssigkeit in demselben Porcellantiegel, der vorher gedient hatte, unter Zusatz von doppelt so viel schwefelsaurem Kali, als das Gewicht des durch einen besonderen Versuch ausgemittelten Verdampfungsrückstandes von 1 Liter Wasser beträgt, und von einer diesem Gewichte gleichen Menge Kandiszucker vollständig zur Trockne. Der Tiegelinhalt wird hierauf in etwas geneigter Lage zum Glühen gebracht und der gewöhnlich noch schwärzlich gefärbte, Zuckerkohle enthaltende Rückstand mit einigen Tropfen einer Lösung von salpetersaurem Ammon befeuchtet und wiederholt geglüht, wodurch gleichzeitig etwa erzeugte Mengen von Schwefelkalium wieder oxydirt werden. Beim Glühen des Gemisches von Salzrückstand und Zucker findet die Zersetzung ohne Sprühen und nach Art eines pyrophorischen Verglimmens statt.

Hat der Glührückstand eine weisse oder schwach graue Färbung angenommen, so wird derselbe im Tiegel mit einem bestimmten überschüssigen Volumen von Normalsalpetersäure übergossen, einige Minuten auf 50° erwärmt sich selbst überlassen und die Salpetersäure durch Normalnatronlauge zurücktitirt. Die durch letztere Lösung nicht angezeigte Säure entspricht unmittelbar der in dem untersuchten Brunnenwasser enthaltenen gewesenen Salpetersäure.

Waren in dem Brunnenwasser nur Kalksalze enthalten, so sind die im Verlaufe der beschriebenen Versuche auftretenden Umsetzungserscheinungen ohne Einfluss auf das Resultat derselben, denn selbst wenn sich auch das gebildete kohlen-saure Kali in dem geglühten Rückstande mit einem Theile des Gypses wieder zu schwefelsaurem Kali und kohlen-saurem Kalk umsetzte, so würde die Menge des letzteren stets einer äquivalenten Menge ursprünglich vorhanden gewesener Salpetersäure entsprechen. Anders verhält es sich dagegen mit den Magnesiasalzen, von denen bekannt ist, dass sich dieselben mit Kalisalzlösungen nicht immer in derselben Weise wie die Kalksalze umsetzen. Salpetersaure Magnesia, welche sich mit schwefelsaurem Kali nicht umsetzt, kann natürlich keinen nachtheiligen Einfluss auf das Resultat liefern, allein Bittersalz und Kochsalz, in Lösung zusammen verdampft, wandeln sich, wie Wöhler zuerst nachgewiesen, in Chlormagnesium und Glaubersalz um, von denen ersteres beim Abdampfen und Glühen Magnesia liefert. Letztere müsste aber von verschiedenem Einfluss auf die Methode sein.

Verfasser suchte daher zunächst festzustellen, wie sich eine Auflösung von Chlormagnesium, bei Anwesenheit äquivalenter Mengen schwefelsauren Kalis abgedampft, verhält und welche Eigenschaften der Glührückstand besitzt. Zu dem Zwecke verdampfte er eine Lösung von 0,5 Grm. Chlormagnesium unter Zusatz einer Lösung der äquivalenten Menge, 0,918 Grm., schwefelsauren Kalis zur Trockne, glühte, übergoss nach dem Glühen mit 10 CC. seiner Normalsalpetersäure, welche 0,540 Grm. wasserfreie Säure enthielten, erwärmte auf 50⁰ und titrirte. Die Normalnatronlauge sättigte in 100 CC. 3,375 Grm. wasserfreie Säure; von derselben waren 15,8 CC. zur Neutralisation erforderlich, 0,533 Grm. wasserfreier Salpetersäure entsprechend; bei einem zweiten, in ganz gleicher Weise ausgeführten Versuch wurden 15,7 CC. Natronlauge, 0,530 Grm. wasserfreier Säure entsprechend, verbraucht. Hiernach ergab sich ein Verlust bei dem ersten Versuch von 0,007, bei dem zweiten von 0,010 Grm. Salpetersäure, ein Beweis, dass ein, wenn auch kleiner Antheil Chlormagnesiums bei Anwesenheit von schwefelsaurem Kali beim Abdampfen und Glühen zersetzt worden war. Da jedoch der Verlust an Salpetersäure im Vergleich mit der angewandten Menge Chlormagnesiums gering war, so folgte, dass die Anwesenheit des schwefelsauren Kalis die Neigung des Chlormagnesiums sich zu zersetzen, bedeutend verringert hatte, weshalb der Verfasser den Versuch mit derselben Menge Chlormagnesium, aber der doppelten Menge des schwefelsauren Kalis wiederholte, und hierbei ergab sich denn auch in zwei Versuchen der Beweis, dass Chlormagnesium, mit einem derartigen Ueberschuss von schwefelsaurem Kali abgedampft und mit der Flamme des Bunsen'schen Gasbrenners oder einer Berzelius'schen Lampe geglüht, nicht zersetzt wird, was der Verfasser dadurch erklärt, dass er die Bildung von Doppelsalzen durch getheilte Umsetzung der ursprünglichen Salze annimmt, in welchen Doppelsalzen die Magnesiumsalze dem Einfluss höherer Temperatur grösseren Widerstand leisten; wenigstens fand er, als er einen durch Verdampfen einer Lösung von Chlormagnesium mit dem doppelten Aequivalent an schwefelsaurem Kali erhaltenen Rückstand nach dem Glühen mit 80 procentigem Alkohol behandelte, in letzterem sowohl Chlormagnesium als auch Chlorkalium.

Ueber die Bestimmung der Salpetersäure bei Gegenwart von organischen Substanzen. Das bekannte Verfahren von Th. Schlösing*)

*) Annal. de chim. [III.] Bd. 40, p. 479. — Vgl. auch Fresenius, diese Zeitschr. Bd. 1, p. 38.