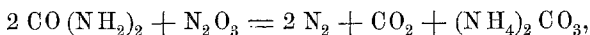


von kohlensaurem Natron, 0,5 g enthaltend, zu*), kocht etwaige freie Kohlensäure weg und fällt mit einem geringen Ueberschuss von Chlorcalcium.

Der entstandene Niederschlag von kohlensaurem Kalk und Fluorcalcium wird abfiltrirt, ausgewaschen und gegläht. Den Rückstand behandelt man mit Essigsäure, dampft zur Trockne, nimmt mit Essigsäure wieder auf, sammelt das ungelöst gebliebene Fluorcalcium auf einem Filter, wäscht es aus, gläht und wägt.

Um die Reinheit des Fluorcalciums zu controliren, kann man es in das Sulfat überführen, oder, wie der Verfasser vorzieht, dasselbe mit Schwefelsäure zersetzen und in der Lösung gewichtsanalytisch den Kalk bestimmen.

Eine Methode zur Bestimmung des Gehaltes der Nitrite gründet A. Vivier**) auf folgende bekannte Reaction zwischen Harnstoff und salpetriger Säure:



nach welcher also doppelt so viel Stickstoff entwickelt wird, wie in dem zu untersuchenden Körper enthalten ist.

Zur Ausführung versieht man einen Kolben von 150 cc Inhalt mit einem dreifach durchbohrten Stopfen. Durch die eine der Durchbohrungen wird mittelst einer Röhre fortwährend ein Strom reiner Kohlensäure eingeleitet; in die zweite ist ein Hahntrichter eingesetzt, welcher dazu bestimmt ist, die Reagentien einzuführen; die dritte nimmt das untere Ende eines als Rückflusskühler functionirenden Liebig'schen Kühlers auf. Das entgegengesetzte Ende des Kühlers wird mit einem der Apparate verbunden, welche bei der Bestimmung des Stickstoffes in organischen Verbindungen nach Dumas das Auffangen des Stickstoffs über Kalilauge und das nachherige Messen gestatten.

In dem über einer Bunsen'schen Flamme aufgestellten Kolben lässt man nun zunächst etwas Wasser kochen und treibt durch Einleiten von Kohlensäure die Luft aus. Nachdem dieses Ziel erreicht ist, hält man unter fortwährendem Kochen den Kohlensäurestrom im Gang, führt durch den Hahntrichter die zu untersuchende Nitritlösung, eine entsprechende, in wenig Wasser aufgelöste Menge Harnstoff und schliesslich

*) Die Menge des kohlensauren Natrons darf nicht zu gross sein, um die Entstehung zu voluminöser Niederschläge zu vermeiden.

**) Compt. rend. 106, 138.

verdünnte Schwefelsäure ein. Unter dem Einfluss der Hitze vollzieht sich die Reaction. Der gebildete Stickstoff wird durch die eingeleitete Kohlensäure unter andauerndem Kochen ausgetrieben und in der ange-deuteten Weise bestimmt.

In einer mitgetheilten Beleganalyse fand der Verfasser statt 8,66 *mg* Stickstoff in Form von salpetriger Säure 8,54 *mg*.

Weder organische Substanzen, noch Nitrate sollen auf die Bestimmungs-methode von Einfluss sein.

III. Chemische Analyse organischer Körper.

Von

W. Fresenius.

1. Qualitative Ermittlung organischer Körper.

Zur Erkennung und Unterscheidung von Gallussäure und Tannin hat L. G. Rawson*) einige Reactionen empfohlen. Er hebt zunächst hervor, dass die gebräuchlichste Methode der Prüfung mit Eisenchlorid, welches mit beiden Körpern Färbung gibt, und mit Gelatine, welche nur mit Gerbsäure einen Niederschlag liefert, bei sehr grosser Verdünnung nicht mehr gestatte beide Körper zu unterscheiden, weil auch die Gerb-säure unter diesen Umständen keinen Niederschlag gibt. Das von Young vorgeschlagene Reagens Cyankalium fand der Verfasser zur Unterscheidung beider Körper sehr geeignet, indem es mit Gallussäure eine röthliche Färbung erzeugt, dagegen mit Gerbsäure keine Farbenreaction liefert.

Versetzt man eine Tanninlösung mit Chlorammonium, so entsteht, aber nur sehr allmählich, ein Niederschlag, dagegen bildet sich, wenn gleich-zeitig auch Ammoniak zugefügt wird, sofort ein weisser Niederschlag, welcher wahrscheinlich durch Oxydation rasch eine röthlichbraune Farbe annimmt. Gallussäure gibt bei gleicher Behandlungsweise keinen Nieder-schlag, sondern eine rothe Färbung.

Wenn die Verdünnung der Tanninlösung 1:5000 beträgt, entsteht der Niederschlag nur allmählich, es ist daher in diesem Falle und bei grösserer Verdünnung besser die Mischung von Chlorammonium und Ammoniak vorsichtig über die Gerbsäurelösung zu schichten. Man be-

*) Chem. News 59, 52.