

III. Chemische Analyse organischer Körper.

Von

W. Fresenius.

Quantitative Bestimmung organischer Körper.

a. Elementaranalyse.

Eine Modification der Elementaranalyse mit chromsaurem Bleioxyd hat Rudolf de Roode*) vorgeschlagen.

Statt des gewöhnlichen chromsauren Bleioxyds, welches bei der zur Verbrennung erforderlichen Temperatur schmilzt, wendet der Verfasser ein Gemenge von Bleichromat und Mennige an, das bei der betreffenden Temperatur fest bleibt und demnach ganz in der gleichen Weise wie Kupferoxyd benutzt werden kann.

4 Theile fein vertheiltes chromsaures Bleioxyd und 1 Theil Mennige werden unter Wasser innig zusammengemischt und dann mit einer Saugpumpe auf einem Trichter abgesaugt. Von dem feuchten Kuchen werden mit einem Spatel etwa erbsengrosse Stückchen ausgestochen, getrocknet und in kleinen Portionen in einem Tiegel zur Rothgluth erhitzt. Die heiss dunkelbraun bis schwarz, erkaltet hellroth aussehenden Brocken werden in einem Mörser bis zur Grösse von Weizenkörnern zerkleinert und durch ein Sieb das Gröbere vom Feineren getrennt.

Die Anwendung dieses Präparates empfiehlt de Roode in folgender Weise. In das beiderseits nicht ausgezogene Verbrennungsrohr wird zunächst eine Kupferdrahtnetzspirale**) eingebracht, dann folgt eine zwischen zwei Asbestpfropfen eingeschlossene, zwei Drittel der Rohrlänge einnehmende Schicht des körnigen Bleichromatgemisches, dann eine etwa 10 cm lange Schicht eines innigen Gemenges der Substanz mit feinpulveriger Bleichromatmischung. Der Rest des Rohres wird mit körnigem Präparat angefüllt. Die Mischung der Substanz mit dem Bleichromatpulver nimmt man in dem Rohre vor, indem man erst die Hälfte des letzteren, dann die Substanz einfüllt und mit dem Rest des Chromatpulvers nachspült. Man mischt nun mit einem Draht oder besser durch Umschütteln.

*) American chemical Journal **12**, 226.

**) Dieselbe ist immer nothwendig, einerlei ob Stickstoff vorhanden ist oder nicht.

In der fertig gefüllten Röhre wird nun ein Canal geklopft, hierauf wird sie vorn mit den Absorptionsapparaten, hinten mit den Reinigungsapparaten für die eintretende Luft verbunden, die Leitung nach letzteren mit einem Quetschhahn zunächst geschlossen und dann die Verbrennung ganz nach den gewöhnlichen Regeln vollzogen. Am Schlusse lässt man 10—15 Minuten lang einen Luftstrom durch das Rohr hindurchgehen, dreht die Flammen aus und leitet durch das erkaltende Rohr noch etwa 1 l Luft.

Nach Beendigung der Verbrennung schüttet man die Fällung des hinteren Endes aus und zieht die Kupferspirale aus dem Rohre.

Die zwischen den Asbeststopfen eingeschlossene Hauptschicht des Präparates kann, so lange die Glasröhre noch gut ist, unverändert zu einer neuen Verbrennung benutzt werden.

Zur gleichzeitigen Bestimmung von Schwefel und Kohlenstoff in organischen Substanzen erhitzt L. Prunier*) den fein gepulverten Körper in einem gewöhnlichen Verbrennungsrohre mit 80—100 Theilen reinem krystallisirtem übermangansaurem Kali, mit welchem er vorher in einem Mörser innig gemischt wird.

Die Verbrennung wird im wesentlichen genau ebenso durchgeführt wie bei der gewöhnlichen Elementaranalyse mit Kupferoxyd. Die entweichenden Gase leitet man in eine wässrige Chamäleonlösung und lässt sie schliesslich eine Controlröhre mit Barytwasser passiren. In letzterem darf sich keine Trübung zeigen, vielmehr soll sämmtlicher Schwefel und Kohlenstoff im Rohre, respective der Chamäleonlösung, zurückgehalten werden.

Man behandelt nach Beendigung der Verbrennung den Inhalt des Rohres mit Wasser und filtrirt die allen Schwefel enthaltende Lösung von dem ziemlich bedeutenden unlöslichen Rückstand von Manganoxiden mit Hülfe eines Asbestfilters ab.

In der Hälfte des Filtrates fällt man nach dem Ansäuern mit Salzsäure die Schwefelsäure mit Chlorbaryum aus und bringt den schwefelsauren Baryt in bekannter Weise zur Wägung.

Der Kohlenstoff, welcher sich zum grössten Theil in der Lösung, in geringerer Menge aber meist auch noch in dem Manganoxyniederschlag befindet, ist bei der ursprünglichen Erhitzung mit übermangan-

*) Comptes rendus 109, 904.