

hinreichende Genauigkeit besitzt. Allerdings ist die Methode langwierig und setzt in ihrer Ausführung eine gewisse analytische Fertigkeit voraus. Sie hat aber den Vorzug, dass sie unabhängig von den reduzierenden Harnsubstanzen ist und auch bei Gegenwart anderer Zuckerarten (Dextrose, Lävulose und Laktose) den Pentosegehalt des Harnes mit genügender Sicherheit quantitativ zu bestimmen gestattet. In einschlägigen Fällen dürfte daher die Methode gute Dienste leisten

Über die Verwendung von Silber bei der Verbrennung stickstoffhaltiger Substanzen.

Von

F. Epstein und R. Doht.

(Aus dem Laboratorium für chemische Technologie organischer Stoffe an der k. k. technischen Hochschule in Wien.)

Bei der Elementaranalyse stickstoffhaltiger Substanzen, insbesondere jener, die Nitro-, Azo- oder Nitrosogruppen enthalten, entstehen bei der Oxydation im Verbrennungsrohre Stickoxyde, die nach den Angaben aller modernen Lehrbücher durch eine blanke Kupferspirale zerlegt werden sollen. Die Anwendung dieser reduzierten Kupferspirale hat aber fühlbare Mängel. Vor jeder Verbrennung muss die Spirale neu reduziert und getrocknet werden, und oft genug kommt es vor, dass sie sich vorzeitig oxydiert, noch bevor die Substanz vollständig verbrannt ist, und dass sie dann selbstverständlich auch ihre Wirksamkeit einbüsst. Um diesen Mängeln abzuhelpen, wurde schon im Jahre 1868 von Stein und Calberla¹⁾ der Vorschlag gemacht, metallisches Silber zur Zerlegung der Stickoxyde zu verwenden. Diese Methode scheint aber in Vergessenheit geraten zu sein. Um ihre Brauchbarkeit zu prüfen, wurden eine Anzahl Verbrennungen durchgeführt, bei denen an Stelle der üblichen Kupferspirale eine Silberspirale von zirka 10 *cm* Länge verwendet wurde, die ein für allemal im Rohr blieb.

¹⁾ Journ. f. prakt. Chemie 107, 232; diese Zeitschrift 8, 83.

Folgende Resultate wurden erhalten:

Verbrannte Substanz	Gefunden % C.	Berechnet % C.
p-Nitranilin	51,74 51,96	51,91
Dinitrobenzol	42,61 42,84	42,85
Chlorazetmetanitrilid $C_8H_7O_3N_2Cl$. .	44,63	44,74
Di-m-nitro-diphenyl- α - γ -diazipiperazin $C_{16}H_{12}O_6N_4$	53,58	53,60
* Di-p-nitro-diphenyl- α - γ -diazipiperazin $C_{16}H_{12}O_6N_4$	53,59	53,60
m-Nitranilid der Glykolsäure $C_8H_8O_4N_2$.	49,08	48,98

Bei Pikrinsäure ergaben sich bei gleicher Versuchsanordnung zu hohe Resultate, im Kaliapparate liessen sich nach der Verbrennung Stickoxyde mit Diphenylamin nachweisen, das kondensierte Wasser im Chlorkalziumrohr zeigte saure Reaktion. Die reduzierende Spirale war nicht hoch genug erhitzt worden, um die grössere Menge von Stickoxyden zu zerlegen. Es wurden deshalb, um das Silber stärker erhitzen zu können, an der Stelle, wo sich die Silberspirale befand, die Eiseninlagen des Ofens entfernt und das Rohr nur mit einem Drahtnetz umwickelt. Bei dieser Anordnung wurde folgendes richtige Resultat erzielt:

	Gefunden	Berechnet
Pikrinsäure . .	31,27 % C	31,44 % C

Die Kalilauge des Absorptionsapparates gab nach der Verbrennung keine Reaktion mit Diphenylamin, das im Chlorkalziumrohr kondensierte Wasser reagierte neutral.

Durch die angeführten Versuchsergebnisse ist die Anwendbarkeit des Silbers an Stelle des Kupfers zur Zerlegung der Stickoxyde bei der Verbrennung stickstoffhaltiger Substanzen wohl zur Genüge bewiesen. Dabei hat die Silberspirale, abgesehen von ihrer bequemeren Handhabung und Zuverlässigkeit, noch den Vorteil, gleichzeitig Halogene zurückzuhalten. Sie wird in das Verbrennungsrohr so eingebracht, dass sie in dem dem Kaliapparate zugekehrten Teile des Ofens gleich hinter dem

*) Die Beschreibung dieser von E. Deutsch dargestellten Körper ist veröffentlicht im Journal für prakt. Chemie.

Kupferoxyd liegt. In den meisten Fällen genügt es dann, diesen Teil des Ofens, ohne weitere Vorkehrungen, wie gewöhnlich zu erhitzen. Nur bei sehr hoch nitrierten Substanzen ist ein stärkeres Glühen des Silbers notwendig, das, wie oben angegeben, am bequemsten durch Herausnehmen der Eisenkerne an dieser Stelle des Ofens und Schützen des Rohres durch Umwickeln mit einem Drahtnetz bewirkt wird. Falls viel Halogen vorhanden ist, empfiehlt es sich, gleich hinter das Schiffchen eine Silberspirale von 1—2 cm Länge zu geben, damit die vordere Silberspirale durch Bildung von Halogensilber nicht an Wirksamkeit einbüsst.

Die Bestimmung des Kohlenoxydes in atmosphärischer Luft.

Von

J. Livingston B. Morgan und John E. Mc Whorter.¹⁾

(Mitteilung aus dem Havemeyer-Laboratorium der Columbia-Universität,
New-York U. S. A.)

Alle brauchbaren Methoden zur Bestimmung kleiner Mengen Kohlenoxyd gründen sich auf die Reaktion:



welche zuerst von Ditte²⁾ beobachtet wurde und welche nach Kinnicutt und Sanford³⁾ nur bei Temperaturen von 150° C. und darüber quantitativ verläuft, obgleich Gautier⁴⁾ sie schon bei 60—70° C. für vollständig hält. Bei allen auf diese Reaktion gegründeten Methoden wird die zu untersuchende Luft zunächst durch U-röhren geleitet, welche Ätzkali, und solche, welche Schwefelsäure enthalten, um alle anderen auf Jodpentoxyd einwirkenden Gase zu entfernen, und dann durch eine das Jodpentoxyd enthaltende, in einem Öl- oder Glycerinbade auf die geeignete Temperatur erwärmte U-röhre. Nur in der späteren Behandlung der bei dieser Reaktion erhaltenen Produkte (Jod und Kohlendioxyd) unterscheiden sich die verschiedenen Methoden von einander. Gautier entfernte das Jod aus dem das Jodpentoxydrohr verlassenden Gastrom durch Überleiten über erhitztes Kupfer, liess das Kohlendioxyd durch Natronlauge absorbieren, machte es dann später mit Schwefelsäure

1) Aus dem Englischen übersetzt von der Redaktion.

2) Bull. soc. chim. **13**, 318, (1870).

3) Journal of the Americ. chemical society **22**, 14, (1900)

4) Comptes rendus **128**, 487, (1899).