

## Ueber eine Modification des Schiff'schen Apparates zur volumetrischen Stickstoffbestimmung.

Von

L. Gattermann.

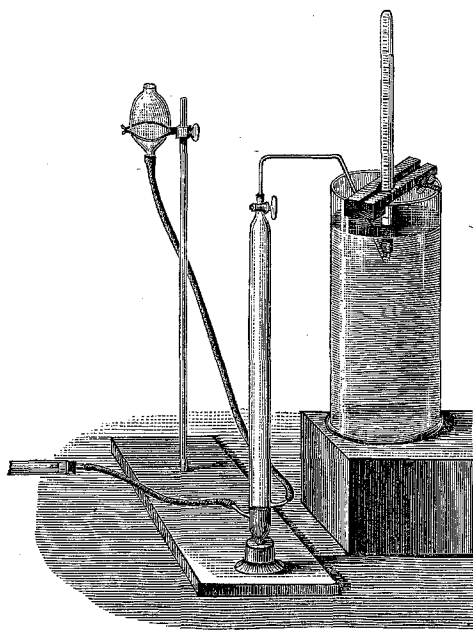
Seit längerer Zeit bedienen wir uns im hiesigen Universitätslaboratorium einer Auffangungsmethode des Stickstoffs, welche, obschon nur eine geringe Modification der von Schiff angegebenen\*), dennoch vielleicht der Mittheilung nicht unwerth ist, da sie sich vor dieser durch die bedeutend grössere Genauigkeit, sowie durch die grössere Billigkeit des dazu erforderlichen Apparates auszeichnet. Die in ihrer Ausführung vorzüglich bequeme Schiff'sche Methode leidet an dem Fehler, dass der gefundene Stickstoffgehalt stets um mehrere Zehntelprocent von dem theoretischen differirt, was durch die ungenaue Kenntniss der bei jeder neuen Bestimmung wechselnden Tension der Kalilauge bedingt wird. Wir verzichteten deshalb darauf, das Gas in dem calibrirten Sammelapparat selbst zu messen, sondern wir fingen dasselbe in einem dem Schiff'schen vollkommen gleichen, nur nicht calibrirten Sammelapparat auf und füllten dasselbe dann mit Hilfe einer engen Ueberleitungsröhre in eine mit destillirtem Wasser gefüllte Messröhre über. Die Ausführung der Analyse ist folgende: Sofort zu Beginn der Analyse verbindet man den gefüllten Apparat mit der Verbrennungsröhre und lässt durch schwaches Erhitzen des Kohlensäure abgebenden Körpers einige Blasen in den Apparat treten, wodurch ein guter Verschluss desselben verbürgt wird. Man lässt nun durch Oeffnen des Hahnes und Senken der Birne die Kalilauge bis auf 1 cm über die Oberfläche des Quecksilbers sinken und leitet durch stärkeres Erhitzen der Kohlensäure abgebenden Substanz 15—20 Minuten einen kräftigen Kohlensäurestrom durch Röhre und Apparat hindurch. Nach Verlauf dieser Zeit lässt man die Kalilauge durch Heben der Birne und Schliessen des Hahnes bis an die Durchbohrung des Hahnes steigen und beobachtet die Luftmenge, die sich während 5 Minuten in der Röhre ansammelt. Beträgt dieselbe mehr als eine minimale Menge eines schaumartigen Conglomerates von Luftbläschen, so lässt man dieselbe durch Heben der Birne über das Niveau der Kalilauge und Oeffnen des Hahnes in die Ueberleitungsröhre

---

\*) Vergl. diese Zeitschrift 7, 430, sowie Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. z. Berlin 13, 885 und diese Zeitschrift 20, 257.

steigen, um noch ein zweites Mal dieselbe Probe zu machen. Bei dieser ist gewöhnlich alle Luft aus der Röhre entfernt und man kann nun zur eigentlichen Verbrennung schreiten, nachdem man zuvor, als man zum letzten Mal die Luft heraus liess, zugleich die Ueberleitungsröhre durch Heben der Birne vollständig mit Kalilauge angefüllt hat. Das Ende derselben kann man, um ein Eintreten von Luft zu verhindern, entweder sofort in den Cylinder eintauchen, welcher die Messröhre aufnimmt,

Fig. 12.



oder in eine mit Wasser gefüllte Schale. Man leitet nun die eigentliche Verbrennung in der bekannten Weise ein und fährt mit dem Erhitzen so lange fort, bis das Stickstoffvolumen, dessen Stand man durch eine Marke notirt, nicht mehr zunimmt. Der Sammelapparat wird nun durch einen Quetschhahn von der Röhre abgeschlossen und etwa eine Stunde stehen gelassen. Das Kohlendioxyd wird gewöhnlich während des Aufstiegs schon so vollständig absorbiert, dass später keine Volumenabnahme mehr zu beobachten ist. Man stellt nun die Messröhre mit Hülfe der aus der

Figur 12 ersichtlichen Klammer über die Oeffnung der Ueberleitungsröhre, gibt der Birne einen möglichst hohen Stand und lässt durch vorsichtiges Oeffnen des Hahnes das Gas in die Messröhre übertreten, wobei es nicht zu vermeiden ist, dass am Ende des Ueberfüllens beim Eintritt der specifisch schwereren Kalilauge in das Wasser einige minimale schaumartige Bläschen durch die Strömung nach unten gerissen werden, was jedoch das Resultat nur verbessert, da diese ihrem Volumen nach den letzten Spuren Luft, die sich zuletzt noch ansammelten, entsprechen. Die Resultate dieser Methode sind ausserordentlich genaue, indem sie von den theoretischen Werthen gewöhnlich nur um wenige  $\frac{1}{100}$  % ab-

weichen, was die folgenden Analysen von Körpern, die allerdings vorzüglich gut krystallisiren und deshalb in grosser Reinheit zur Analyse gelangten, beweisen mögen:

Nitroaethyltoluidin $\begin{array}{c} \diagup \text{CH}_3 \\ \text{C}_6\text{H}_3 - \text{NO}_2 \\ \diagdown \text{NH} \cdot \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	Berechnet	Gefunden		
		I.	II.	III.
	15,55 % N.	15,57	15,58	15,58
Nitromethyltoluidin . . . . .	16,87	16,90		
Trinitroaethyltoluidin . . . . .	20,74	20,76		
Trinitromethyltoluidin . . . . .	21,87	21,90		
Nitroso-Dinitroaethyltoluidin . .	22,05	22,04		

Bei sämmtlichen angeführten Analysen gelangte eine vorzügliche Geissler'sche Messröhre, die in  $\frac{1}{10}$  cc getheilt war, zur Anwendung.\*)

Universitätslaboratorium zu Göttingen, im August 1884.

## Apparat zum Filtriren und Trocknen leicht oxydirbarer Niederschläge.

Von

**W. Bachmeyer.**

Aus Gründen der Oekonomie wurde von der Abbildung des vollständigen Apparates Abstand genommen. Der beistehende Holzschnitt Fig. 13 (a. d. folg. Seite) gibt demnach nur die Ansicht des Haupttheiles. Verfasser gibt sich jedoch der Hoffnung hin, dass mit Hülfe einer kurzen Beschreibung die Totalität des Apparates leicht erkannt werden kann.

Das Glasgefäss B ist durch einen aufschraubbaren Deckel (Messing) C verschlossen und sitzt luftdicht in der Flasche A. Die Glasröhre g, welche mittelst eines Korkes f in der Messingröhre m befestigt ist und bis an die Oberfläche des Trichters a reicht, ist nach oben gebogen wie  $\cap$  und steht in Verbindung mit einem Kolben, in welchem sich der betreffende Niederschlag befindet. Der mit g in Verbindung stehende Kolben hat einen dreifach durchbohrten Kork, durch die eine Oeffnung desselben geht das Rohr g, durch die mittlere eine Trichter-

\*) Der Apparat kann von Herrn H. Mahlmann, Chemisches Universitätslaboratorium zu Göttingen, mit dessen Beihülfe er zuerst construiert wurde, bezogen werden.