

fügt und bei möglichst niederer Temperatur titriert. Die Menge des Kochsalzes ist so zu halten, daß sie dem Verhältnis von etwa 2 Molen NaCl auf  $\frac{1}{2}$  Mol Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> entspricht. Aus Erwägungen verschiedener Art ergibt sich als die günstigste Menge für 100 ccm Wasser beiläufig 0,1 g. Von Methylorange löst man 1 g in 1 l heißem Wasser auf und verwendet für jede Titration 2 Tropfen; es dient zur Bestimmung der Bicarbonate und Carbonate. Die Seifenlösung wird aus Marseiller Seife bereitet und so gestellt, daß 1 ccm für 100 ccm Wasser 2° entspricht.

Die Ausführung wird auf folgende Weise vorgenommen: Man mißt in einem Meßkolben 100 ccm des auf Zimmertemperatur abgekühlten Wassers ab, fügt aus einem Tropf- fläschchen 10 Tropfen einer 20%igen Kochsalzlösung hinzu, versetzt mit 2 Tropfen Phenolphthalein und titriert mit Säure bis zur Entfärbung. Die Anzahl der verbrauchten Kubikzentimeter, wobei man auch die  $\frac{1}{10}$  ccm abliest, wird notiert (p). Nun gibt man 2 Tropfen Methylorange dazu und läßt so lange Säure einfließen, bis der Farbumschlag von Gelb in Rot eintritt. Die für Methylorange verbrauchte Menge Salzsäure gibt den zweiten Wert (m). Sodann wird die neutrale Flüssigkeit mit Seifenlösung titriert, wozu die Zahl von h ccm notwendig ist. Man sucht nun den betreffenden Fall in der Tabelle auf und ersieht aus der letzten Kolumne die vorzunehmende Änderung in der Präparation<sup>16)</sup>.

Es braucht nicht betont zu werden, daß eine rationelle Auswertung der Untersuchungsergebnisse die Dosierung der Zusätze und eine richtige Bemessung der zufließenden Wassermenge voraussetzt<sup>17)</sup>. Da der gebrannte Kalk niemals und die Soda nicht immer 100%ig sind, empfiehlt es sich, diese Fällungsmittel nicht in fester Form zu verwenden, sondern konz. Lösungen zu bereiten, deren Gehalt man mit Hilfe der Salzsäure bestimmen kann (für Kalk  $x = 2$  p Grade; für Soda  $y = 2(m + p)$  Grade). Auf diese Art läßt sich der Zusatz leicht bemessen. Es sind daher in der Tabelle die Präparationsänderungen in 1 Lösung ausgedrückt. Wird die Berechnung in einer anderen Einheit vorgezogen, so genügt die Hinzufügung eines Faktors. Da die Niederschläge, deren man sich zur Entfernung der Verunreinigungen des Wassers bedient, nicht ganz unlöslich sind, muß ein kleiner Rest toloriert werden. Wenn sich also bei der Untersuchung für m oder h Werte ergeben, die den Betrag von 2 nicht überschreiten, so sind sie zu vernachlässigen und nicht zu korrigieren. In gleicher Weise beläßt man einen geringen Sodaüberschuß, weshalb p gleich Null zu setzen ist, wenn es nicht mehr als 1 beträgt. Bei Beobachtung dieser Regeln wird sich gewöhnlich einer der Fälle 1—7 ergeben; sind jedoch alle drei Werte über den angegebenen Grenzen, so läßt man zunächst den kleinsten unberücksichtigt und korrigiert zunächst die beiden anderen, bis einer von ihnen den Grenzwert erreicht hat; dann wird wie früher vorgegangen.

Die Vorteile dieser modifizierten Methode bestehen in der Schnelligkeit, mit der sie ausführbar ist, in der Einfachheit ihrer Handhabung und vor allem in ihrer Genauigkeit. Die Kleinheit und die geringe Anzahl der notwendigen Gefäße gestatten die Unterbringung in einem kompodiösen Kasten, der bei Reisen bequem mitgeführt werden kann<sup>18)</sup>.

[A. 249.]

## Stickstoffbestimmungsapparat

nach Diplom-Ingenieur F. FRIEDRICHs.

(Eingeg. 23./I. 1913.)

Die volumetrische Stickstoffbestimmung nach D u m a s bei der organischen Elementaranalyse wurde zuerst mit

<sup>16)</sup> Die Ausarbeitung der Tabelle ist von Baurat Wehrenfennig angeregt worden.

<sup>17)</sup> Vgl. Wehrenfennig, a. a. O.

<sup>18)</sup> Die Ausführung der Kästen ist von der Firma W. Rohrbecks Nfg., Wien I., Giselastraße, übernommen worden, von wo sie bezogen werden können.

einem von Schiff konstruierten Apparate<sup>1)</sup> ausgeführt. Es ist dies eine mit einem Niveaurohr kommunizierende Gasbürette, welche mit Kalilauge beschickt ist, und in die das Gas behufs Absorption und Messung hineingetrieben wird. Eine ähnliche verbesserte Form gibt Bleier<sup>2)</sup> im 3. Teile seines trefflichen Werkes über gasometrische Methoden an. Die erste wesentliche Verbesserung des Schiffischen Apparates gelang Prof. Ferry<sup>3)</sup> in Nancy, indem er unterhalb der Gasmeßbürette ein die Kohlensäure absorbiendes Gefäß nach dem Prinzip der Schraubenwaschflasche anbrachte. Neuerdings hat nun Friedrichs den Apparat noch weiter vervollkommen und dem Ferry'schen Apparat eine bequemere Form gegeben.

Im Friedrichschen Apparat (s. Figur) gelangt das aus CO<sub>2</sub> + N<sub>2</sub> bestehende Gasgemenge am unteren Ende durch ein seitliches Ansatzrohr in das mit Kalilauge beschickte Absorptionsgefäß A. Nachdem es hier zunächst eine kurze Quecksilberschicht passiert hat, folgt es den Gängen eines Schraubenrohres und sammelt sich schließlich in der oberen kugelförmigen Erweiterung des Absorptionsgefäßes. Nach beendeter Reaktion treibt man durch Öffnen eines Friedrichschen Zweiweghahnes C, welcher das Absorptionsgefäß mit der darüber befindlichen Gasbürette B verbindet, sowie durch Heben der Niveaupflasche den Stickstoff in die mit Wasser gefüllte Bürette, woselbst die Ablesung des durch das Gas verdrängten Wasservolumens sofort vorgenommen werden kann.

Während demnach das Schiffische Nitrometer den Nachteil besitzt, daß das Gas direkt über der absorbierenden Flüssigkeit, deren Dampfdruck je nach dem Sättigungsgrade schwankt, gemessen wird, so ist beim Friedrichschen Apparate diese Fehlerquelle ausgeschaltet, indem man das mit Wasserdampf gesättigte Gas über Wasser mißt. Auch ist im letzteren Apparate das Gasmeßrohr von einem Wassermantel umgeben, in welchem ein Thermometer angebracht ist, so daß hierdurch die jeweilige Temperatur des in der Bürette eingeschlossenen Gases richtig bewertet werden kann.

Verfertiger des bei zweckentsprechender Änderung der Absorptions- und Absperrflüssigkeit ohne weiteres auch für andere gasvolumetrische Bestimmungen sinngemäß anwendbaren Apparates ist die Firma Greiner & Friedrichs in Stützerbach in Thüringen. Dr. Roerdanz. [A. 20.]

## Über den Nachweis des Arsens mit Bettendorfschem Reagens.

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Eingeg. 20./I. 1913.)

Beim Reagieren mit Bettendorfschem Reagens betonen die Fachwerke zumeist, daß in schwefelsäurehaltiger Lösung die Reaktion nur kalt zur Ausführung gelangen darf, da beim Erwärmen das Stannochlorid auf die Schwefelsäure reduzierend wirkt, wodurch Schwefelwasserstoff bzw. Stannosulfid gebildet werden sollte.

Nach Vf. Versuchen verhält sich die Sache anders: Auch in Gegenwart von Sulfaten kann

<sup>1)</sup> Ber. 14, 885 (1881); Z. anal. Chem. 7, 430.

<sup>2)</sup> Bleier, Gasometr. Methoden S. 284 (1898); Ber. 30, 3124 (1897).

<sup>3)</sup> Z. anal. Chem. 51, 367 (1912).

