

Tabelle 6.

Angewandte Substanz	Methode	Destillation mit Kupfer-Magnesium				Destillation nach d. Verbrenn. des Rückstand. n. Kjeldahl		Dem Gesamt- stickstoff entsprechende ccm NaOH	Gesamt- stickstoff mg
		Menge der angewandt. Legierung g	Anzahl der zurücktitriert. ccm NaOH ¹²⁾	Dem überdestilliertem Ammoniakstickstoff ent- sprechende ccm NaOH	vermindert um den blind. Wert	Anzahl der zurück- titrierten ccm NaOH	Dem über dest. Am.-Stickstoff entsprechende ccm NaOH		
1 g Fleischguano	nach Jodlbauer					31,25	18,25		54,00
						31,40	18,10		53,56
						31,40	18,10		53,56
						31,35	18,15		53,71
						31,35	18,15		53,71
1 g Fleischguano	mit Kupfer- Mag- nesium	3	47,90	1,60	1,55	32,85	16,65	18,20	53,85
			47,90	1,60	1,55	32,75	16,75	18,30	54,15
			47,90	1,60	1,55	32,70	16,80	18,35	54,36
			47,90	1,60	1,55	32,75	16,75	18,30	54,15
			47,90	1,60	1,55	32,75	16,75	18,30	54,15
20 g frischer Moostorf (11,64 mg N) + 0,125 g NaNO ₃ (20,60 mg N) Ges.-N: 31,84 mg	mit K.-M.	3	42,80	6,90	6,85	45,65	3,85	10,70	31,66
			42,80	6,90	6,85	45,60	3,90	10,75	31,81
			42,80	6,90	6,85	45,65	3,85	10,70	31,66
			42,80	6,90	6,85	45,70	3,80	10,65	31,51
			42,80	6,90	6,85	45,60	3,90	10,75	31,81
3 g getrockneter Moostorf (20,71 mg N) + 0,0625 g NaNO ₃ (10,30 mg N) Ges.-N: 31,01 mg	mit K.-M.	3	44,25	5,25	5,20	44,15	5,35	10,55	31,22
			44,25	5,25	5,20	44,15	5,35	10,55	31,22
			44,25	5,25	5,20	44,20	5,30	10,50	31,07
			44,25	5,25	5,20	44,15	5,35	10,55	31,22
			44,25	5,25	5,20	44,20	5,30	10,50	31,07
20 g frischer Heidehumus (67,91 mg N) + 0,0625 g NaNO ₃ (10,30 mg N) Ges.-N: 78,21 mg	mit K.-M.	3	46,10	3,40	3,35	26,40	23,10	26,45	78,27
			46,10	3,40	3,35	26,50	23,00	26,35	77,97
			46,10	3,40	3,35	26,40	23,10	26,45	78,27
			46,10	3,40	3,35	26,60	22,90	26,25	77,67
			46,10	3,40	3,35	26,50	23,00	26,35	77,97

Destillationskolben verbliebenen Rückstandes auf 250—300 ccm und Zugabe von Magnesiumchlorid und Kupfer-Magnesiumlegierung wird in der oben beschriebenen Weise die Bestimmung des Nitrat- und Nitritstickstoffs vorgenommen. Tabelle 4 gibt die auf diese Weise bei Anwendung von Lösungen reiner Salze in Wasser erhaltenen Zahlen wieder; in Tabelle 5 sind die Werte zusammengestellt, die bei Benutzung der Auflösungen reiner Salze in salpeter- und salpetrig-säurefreien Bodenauszügen gewonnen wurden. Als für den vorliegenden Zweck besonders geeignet wurden durch Kochen mit Wasser oder durch Ausschütteln mit 3% iger K₂SO₄-Lösung erhaltene Extrakte von Moorböden benutzt, die bei verhältnismäßig hohem Gehalt an Ammoniak- und ammoniakähnlichen Verbindungen leicht nitrat- und nitritfrei ausgewählt werden konnten.

Wie ersichtlich, übt weder die Anwesenheit von Ammoniaksalzen, bzw. von Magnesia usta, noch von organischen stickstoffhaltigen, den Stickstoff mit Magnesiumoxyd abspaltenden Körpern einen ungünstigen Einfluß auf die Genauigkeit des Kupfer-Magnesiumverfahrens aus.

Schließlich sei noch auf eine weitere Anwendungsmöglichkeit der neuen Methode hingewiesen. Gleichzeitige Anwesenheit von organisch gebundenem und von Nitratstickstoff macht es bekanntlich nötig, bei der Bestimmung des Gesamtstickstoffs in solchen Substanzen nach den Vorschriften von Jodlbauer oder Förster der Gefahr der Verflüchtigung von Salpetersäure dadurch vorzubeugen, daß die Salpetersäure in Nitrokörper übergeführt wird, die ihrerseits vor der weiteren Verbrennung nach Kjeldahl durch naszierenden Wasserstoff oder durch unterschwefligsaures Natrium reduziert werden. Es lag nun nahe, den Gesamtstickstoff derartiger Stoffe in der Weise zu bestimmen, daß durch Destillation mit Kupfer-Magnesiumlegierung zunächst unter Reduktion der anwesenden Salpeter- oder salpetrigen Säure der Gehalt an Ammoniak-, bzw. mit Magnesiumhydroxyd abspaltbarem Stickstoff gleichzeitig mit dem Stickstoff der Nitrate oder Nitrite ermittelt wird; im Destillationsrückstand kann sodann der Reststickstoff in üblicher Weise nach Kjeldahl bestimmt

werden. Daß diese Arbeitsweise z. B. für die Analyse von salpeterhaltigen Düngemitteln und Böden gut anwendbar ist, zeigen die in Tabelle 6 zusammengestellten Werte.

Auch in diesem Falle führt die Benutzung des Kupfer-Magnesiumverfahrens zu Zahlen, die mit den nach Jodlbauer erhaltenen oder den durch Zugabe bekannter Mengen Nitratstickstoff zu salpeterfreien, organischen Stickstoff enthaltenden Körpern von bekanntem Stickstoffgehalt im voraus festgestellten Gesamtstickstoffwerten gut übereinstimmen.

Es sei endlich noch darauf hingewiesen, daß die Kupfer-Magnesium-Reduktionslegierung von der Aluminium-Magnesiumfabrik, A.-G. in Hemelingen bei Bremen bezogen werden kann. [A. 56.]

Die Präzisionsmethode zum Vereinigen optischer Gläser von Parker und Dalladay und der Zschimmersche Kohäsionspunkt.

In der Silikat-Zeitschrift 2, Nr. 7 [1914] hat Dr. E. Zschimmer seine Arbeiten über die von ihm und A. Christ beobachteten Verhältnisse beim Erhitzen von Gläsern, die einander mit blanken Flächen berühren, veröffentlicht, aus denen er wichtige Folgerungen gezogen hat. Die Arbeiten wurden im Jenaer Glaswerk ausgeführt.

Ohne diese grundlegende Veröffentlichung zu erwähnen, haben R. G. Parker und A. J. Dalladay ihre Methode, die ebenfalls auf der Vereinigung von Glas in optischem Kontakt durch Hitzebehandlung besteht, im Philosophical Magazine [6] 33, 276 [1917]¹⁾, als etwas Neues veröffentlicht; die Arbeiten wurden in dem Forschungslaboratorium der Firma Adam Hilger Ltd. ausgeführt. Es ist bezeichnend, daß die letztere Veröffentlichung als eine neue Errungenschaft in der deutschen Presse beschrieben wird (so z. B. Frankfurter Zeitung vom 27./4. 1917, Nr. 117, S. 6.).

P. Krais. [A. 66.]

¹²⁾ 1 ccm NaOH = 2,959 mg N; 50 ccm H₂SO₄ = 49,5 ccm NaOH.

¹⁾ Vgl. Angew. Chem. 30, II, 139 [1917].