

Barometer bei dieser Methode nöthig sind, sowie die geringe Zeit, welche die Versuche beanspruchen, machen diese Methode für musikalisch gebildete Chemiker empfehlenswerth, doch ist sie eben nur für solche ausführbar.

Versuche mit höher siedenden Substanzen sind im Gange und behalte ich es mir vor, nächstens darüber zu berichten.

Zum Schlusse sei es mir gestattet, Herrn Regierungsrath Prof. E. Mach, für den dieser Arbeit zugewendeten freundlichen Anteil meinen besten Dank auszusprechen.

Prag, den 20. März 1880.

204. H. Schwarz: Ein neuer Apparat zur volumetrischen Stickstoffbestimmung.

(Eingegangen am 2. April 1880.)

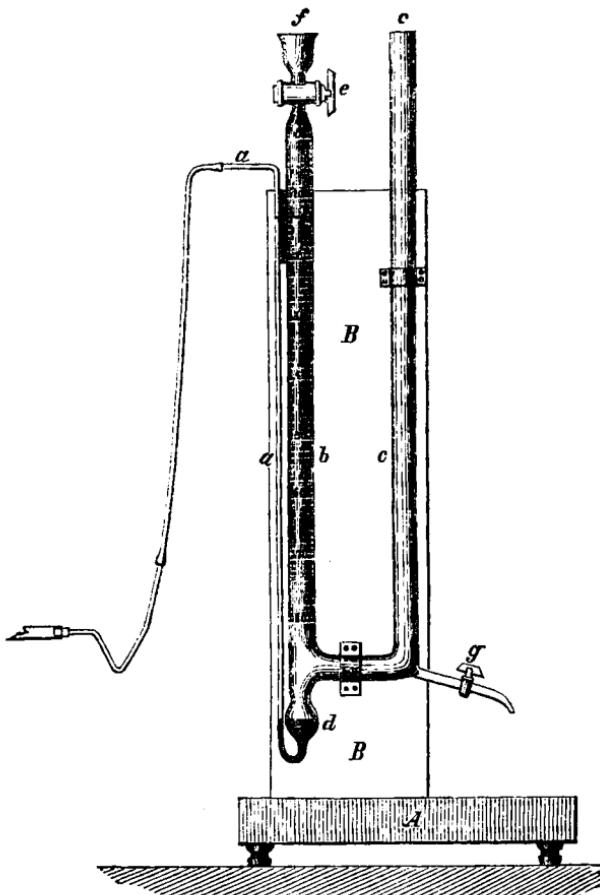
So bequem gegenüber den älteren Apparaten zur Stickstoffbestimmung nach Dumas der bekannte Apparat von Zulkowsky erscheint, so leidet er doch an einigen Uebelständen, welche Abhülfe verlangen. Um die im Anfang der Verbrennung ausgetriebene Luft zu entleeren, muss man die graduirte Röhre mehrmals aus dem Halter herausnehmen und umkehren; die starke Kalilauge färbt sich beim Stehen in dem vulkanisirten Kautschuckrohre gelb; der Quetschhahn am Zuleitungsrohre muss abgezogen und wieder aufgeschoben werden; endlich muss man einen ziemlich lebhaften Gasstrom unterhalten, damit die Lauge nicht in die Kugel des Vorlagsapparates zurücktritt, wo dann das schliessliche Verdrängen des Stickgasrückstandes aus dem Verbrennungs- in das Massrohr ziemlich viel Kohlensäure erfordert. Um alle diese Uebelstände zu vermeiden, liess ich mir durch die bekannte Glasbläserfirma von Greiner & Friedrichs in Stützenbach einen Apparat herstellen, der ein sehr bequemes Arbeiten gestattet und, wie zahlreiche Analysen zeigen, sehr genaue Resultate ergiebt.

Auf einer rechteckigen Holzplatte *A* erhebt sich ein vertikaler Ständer *B*, an dem der aus einem Stück bestehende Glasapparat unverrückbar durch Drahtringe und aufgeschraubte Eisenbänder befestigt ist. Dieser Apparat besteht aus 3 nebeneinander stehenden, parallelen Röhren *a b c*. Das Rohr *a* ist eng, dickwandig, am freien Ende rechtwinklich abgebogen und zum bequemen Aufschieben des Kautschuckschlauchs etwas konisch verdickt.

Es mündet unten in den Becher *d*, der mit Quecksilber bis zur halben Höhe gefüllt wird, das natürlich auch etwas in das Rohr *a*

hinauftritt und die Trennung zwischen Kalilauge und Gaszufluss sicher bewirkt.

Rohr *b* erhebt sich unmittelbar vom Becher *d* aus und ist mit Rohr *c* zur U-Form verbunden. *b* ist graduirt, fasst etwa 80 ccm und ist oben



durch einen gut eingeschliffenen Glashahn *e* abgeschlossen, über dem sich noch ein Glasbecher *f* befindet. Die Eintheilung nach $\frac{1}{2}$ ccm ist vom Hahne nach abwärts aufgetragen. Rohr *c* ist das bekannte Druckregulirungsrohr und trägt einen kleinen Ablasshahn *g*. Die Biegung, welche *b* und *c* verbindet, ist am besten etwas von *b* nach *c* geneigt, oder mindestens horizontal, damit nicht etwa ein Theil der Gasblasen nach *c* hinübertreten könnte. Das Rohr *a* steht mit dem Verbrennungsrohre durch einen engen, nicht zu langen Kautschuckschlauch und ein kleines V-förmiges Glasrohr mit durchbohrtem Kork in Verbindung, in welchem Vorlagerohre sich das gebildete Wasser condensirt. Man

füllt den Apparat von *c* aus mit Kalilauge und lässt dabei den Hahn *e* offen, bis etwas Lauge auch in den Becher *f* eintritt.

Wenn man nun die Verbrennungsrohre erhitzt und aus dem Natriumbicarbonat Kohlensäure entwickelt, so wird das Quecksilber in *a* herabgedrückt, die Gasblasen durchbrechen das Quecksilber in *d* und steigen in *b* auf. Sobald sie zum grössten Theil absorbirt werden, schliesst man Hahn *e* für einige Zeit. Wenn dann noch Spuren von unabsoorbirtem Stickgas sich ansammeln, so genügt eine Hahndrehung, um diesen Rest entweichen zu lassen. Dies wiederholt man der Sicherheit halber noch 1—2 mal, bis man sicher ist, dass jede Spur von Luft ausgetrieben ist. Man erreicht diesen Punkt wegen der Enge des Vorlage- und Zuleitungsrohres viel rascher und ungleich viel bequemer, als beim Apparate von Zulkowsky.

Die Verbrennung kann man nun so langsam, als man will, durchführen, da das Quecksilber im Becher *d* das Zurücksteigen der Kalilauge absolut unmöglich macht. Gerade diese langsame Verbrennung bietet den Vortheil, dass sich dem Stickgas keine unabsoorbirte Kohlensäure beimischt, so dass man hier auf keine nachträgliche Verminderung des Gasvolumens beim Stehenlassen Rücksicht zu nehmen hat. Bei explosivisch verbrennenden und sehr flüchtigen Substanzen ist diese Möglichkeit des langsamen Verbrennens von besonderem Werthe. Dass man nach Schluss des Hahnes *e* den Stand der Kalilauge in *c* durch den Hahn *g* vermindert und schliesslich in *b* und *c* gleich hoch macht, ist selbstverständlich. Dies letztere wird durch Auftragen einer Scala auf *B*, deren Striche *b* und *c* berühren, erleichtert. Will man der ersten eine zweite Verbrennung unmittelbar folgen lassen, so wird der Apparat durch Oeffnen von *e* und Nachgiessen von Kalilauge durch *c* wieder fertig gestellt. Gereinigt wird er durch Ablassen der Lauge aus *g* und Nachspülen mit destillirtem Wasser von Becher *f* aus.

Durch die feste Verbindung des Glasapparates mit dem Gestell zeigt der Apparat geringe Zerbrechlichkeit; er kommt auf ca. 10 Mk. zu stehen und ist demnach nicht theurer, als der Zulkowsky'sche Apparat. Ich kann ihn daher allen Analytikern auf das Beste empfehlen.

Analytische Belege:

Dinitrobenzol N gefunden 16.61 pCt.
 $C_6 H_4 N_2 O_4$; N berechnet 16.60 pCt.

Amylidendibenzimid:

$C_5 H_{10} (C_7 H_6 N O)_2$; N gefunden 9.22 pCt.
N berechnet 9.03 pCt.