

steigen der Kalilauge verhindert. Durch den Hahn *B* lässt man am Beginne der Operation die aus dem Verbrennungsrohre ausgetriebene Luft entweichen; erweist sich nach wiederholten Prüfungen die Kohlensäure luftfrei, sammelt sich also in *A* kein Gas mehr an, so wird mit der Verbrennung begonnen.

Vor dem Ablesen des Gasvolumens wird mit Hülfe des Quetschhahnes *C* soviel Lauge abgelassen, dass die Flüssigkeit in beiden Schenkeln gleich hoch steht. Bei der Reduktion des abgelesenen Gasvolumens hat man selbstverständlich statt der Tension des Wasserdampfes jene der verwendeten Kalilauge in Rechnung zu bringen. Wüllner¹⁾ hat für Aetzkalilösungen verschiedener Concentrationen die Tensionen bestimmt. Will man die Ablesungen über Wasser vornehmen, so füllt man den über *B* befindlichen kurzen Ansatz mit Wasser, setzt einen Pfropf ein, dessen Bohrung ein capillares Gasleitungsrohr trägt, füllt den Schenkel *D* vollständig mit Lauge, stellt über die Mündung der capillaren Gasleitungsrohre eine mit Wasser gefüllte Messröhre und öffnet den Hahn *B*, worauf das Gas in die Messröhre übergedrückt wird. Für das letztere Verfahren braucht selbstverständlich der Schenkel *A* nicht getheilt zu sein.

Wien, 24. April 1880.

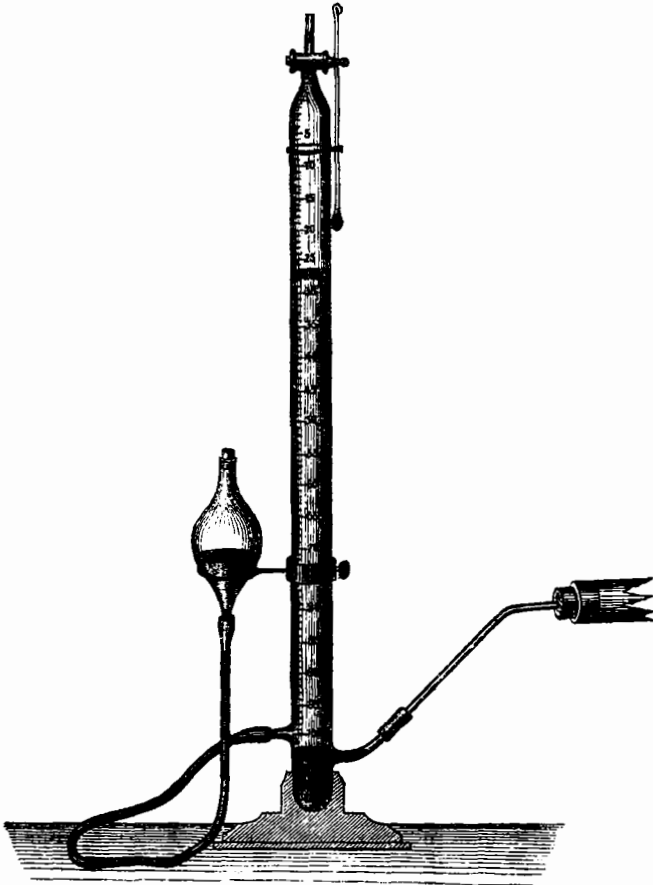
234. Hugo Schiff: Zur Stickstoffbestimmung.

(Eingegangen am 23. April; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Der in diesen Berichten XIII, 771 von Hrn. H. Schwarz beschriebene Apparat zum Auffangen und Messen des Stickstoffs bei dessen Bestimmung nach der Dumas'schen Methode ist nur eine weniger einfache und, wie mir scheint, weniger handliche Form eines Apparates, welchen ich vor 12 Jahren in der Zeitschr. f. anal. Chem. 1868, VII, 430 beschrieben habe. Derselbe dient seit 14 Jahren in meinem Laboratorium und hat sich stets als sehr praktisch bewährt. Nachstehende Figur zeigt die nur wenig abgeänderte Form, in welcher ich den Apparat jetzt anwende. Die Messröhre hat nunmehr eine Länge von 50 cm; dagegen ist sie bedeutend enger, etwa von 18 mm innerem Durchmesser, so dass eine Theilung von 100 ccm in $\frac{1}{2}$ ccm aufgetragen werden konnte und dabei 1 ccm noch 4 mm lang ist. Es kann also auch ein ungeübtes Auge noch $\frac{1}{10}$ ccm ohne Schwierigkeit ablesen und bei kathetometrischer Ablesung kann weit grössere Genauigkeit erzielt werden. Die unten angesetzten kleinen Seitenröhren sind etwa 6 mm weit und stehen 20 mm von einander ab. Auch bei rascher Gasentwicklung wirkt der Quecksilberschluss voll-

¹⁾ Poggendorff's Annalen, 103, 529 u. 110, 564.

kommen sicher; es ist mir nie vorgekommen, dass die Kalilauge in die Entwicklungsröhre übergetreten wäre. Das in $\frac{1}{10}^{\circ}$ getheilte Thermometer wird mittelst eines Kautschukringes direct an die Messröhre angelegt. Bei Anwendung von 50 procentiger Kalilauge kann das Gas als trocken in Rechnung gebracht werden, da die durch die sehr geringe Dampftension bewirkte Vergrößerung durch die geringe Absorption des Gases u. s. w. genügend compensirt wird und diese Fehler jedenfalls noch innerhalb der Grenzen der Methode anhaftenden Versuchsfehler liegen. Bezüglich der Anwendung des Apparates ver-



weise ich auf meine Mittheilung von 1868. Der Apparat kann von Greiner u. Friedrichs in Stützerbach bezogen werden.

Den früher (l. c.) von mir zur Entwicklung der Kohlensäure angewandten Doebereiner'schen Apparat habe ich späterhin wieder

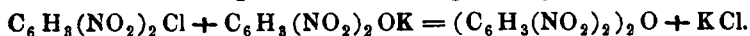
verlassen und bin zur Anwendung von Bleicarbonat oder Natriumbicarbonat zurückgekehrt. Die im ersteren Falle stossweise vor sich gehende Kohlensäureentwicklung lässt eine Vermischung von Stickstoff und Kohlensäure eintreten und erfordert dann ein viel längeres Auswaschen der Röhre. Die Anwendung der Sprengel'schen Pumpe wird übrigens in diesem Theil der Operation sehr bald eine wesentliche Vereinfachung zur Folge haben.

Florenz, Istituto di studi superiori.

235. C. Willgerodt: α -Didinitrophenyläther, $O(C_6H_3NO_2NO_3)_2$.

(Eingegangen am 26. April; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Das α -Didinitrophenyloxyd entsteht, wenn man α -Dinitrochlorbenzol auf α -Dinitrophenolkalium in zugeschmolzenen Röhren einwirken lässt, nach folgender Umsetzungsgleichung:



Zur Darstellung des Aethers wurden für gewöhnlich 2 zu 2g der zur Reaktion zu bringenden Substanzen eingeschmolzen und auf 150—200° erhitzt. — Bei einer Temperatur von 150° ist nach einer Zeit von 2½ Stunden noch keine vollständige Umsetzung erzielt; man erhält aber bei diesen Graden ein reines, nur wenig gelb gefärbtes Produkt. Wird die Temperatur auf 180—200° gesteigert, so erhält der Aether einen bräunlichen Teint, den er erst durch mehrmaliges Lösen in Eisessig und Fällen mit Wasser verliert. — Vor dieser Reinigung hat man ihn von dem noch etwa anhängenden Dinitrochlorbenzol durch Kochen mit Alkohol, von dem Dinitrophenolkalium durch Kochen mit Wasser zu befreien.

Der α -Didinitrophenyläther ist im reinen Zustande ein farbloser, gegen 195° schmelzender Körper, der sich aus seinen meisten Lösungsmitteln in kurzen, dicken Krystallen abscheidet. Von Eisessig, Benzol, Chloroform und Amylalkohol wird er beim Kochen reichlich gelöst, Aether löst ihn spärlich, in Alkohol ist er fast unlöslich. Kocht man das Didinitrophenyloxyd mit Kalilauge, so tritt sehr bald Gelbfärbung auf: es bildet sich Dinitrophenolkalium.

Freiburg i. B., den 23. April 1880.