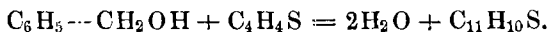


I. 0.1260 g Substanz gaben 0.1670 g Ba S O₄, entsprechend 0.022963 g Schwefel.

II. 0.1034 g Substanz gaben 0.1370 g BaSO₄, entsprechend 0.018814 g Schwefel.

	Gefunden		Berechnet
	I.	II.	für C ₁₁ H ₁₀ S
S	18.22	18.21	18.39 pCt.

Das Phenylthiénylmethan verharzt mit Schwefelsäure nicht so rasch, und daher resultirt eine bessere Ausbeute. Es zersetzt sich dagegen lebhaft mit rauchender Salpetersäure, trotzdem muss bei Schwefelbestimmungen, wie bei der des Dithiénylmethans, lange und auf hohe Temperatur erhitzt werden. — Die Entstehung des Körpers erfolgt nach der Gleichung:



Zürich, im Mai, Laboratorium des Hrn. Prof. V. Meyer.

328. M. Ilinski: Zur Dumas'schen Stickstoffbestimmung.

[Aus dem chemischen Laboratorium der königlichen Akademie zu Münster.]
(Eingegangen am 26. Mai; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Die Dumas'sche Methode der Stickstoffbestimmung ist einer so allgemeinen Anwendung fähig, dass man sich bereits von verschiedenen Seiten bemühte, sie zu einer möglichst einfachen analytischen Operation zu gestalten. K. Zulkowski¹⁾, W. Hanko²⁾, H. Schwarz³⁾, E. Ludwig⁴⁾, H. Schiff⁵⁾, W. Städel⁶⁾ und R. Schmitt⁷⁾ haben für diesen Zweck mehr oder weniger einfache Apparate angegeben. Sie besitzen alle ihre speciellen Vorzüge, jedoch auch nicht ausser Acht zu lassende Nachteile. Theils sind sie ziemlich zerbrechlich, theils mit Gummischläuchen versehen, welche bei längerer Berührung mit concentrirter Lauge undicht und schlüpfrig werden und zu unangenehmen Zwischenfällen Veranlassung geben können; gleichzeitig bedingt ihre Anschaffung, bis auf den von Schmitt angegebene, nicht unerhebliche Ausgaben.

1) Ann. 182, 296 sowie diese Berichte XIII, 1096.

2) Diese Berichte XII, 451.

3) Ebendasselbst XIII, 771.

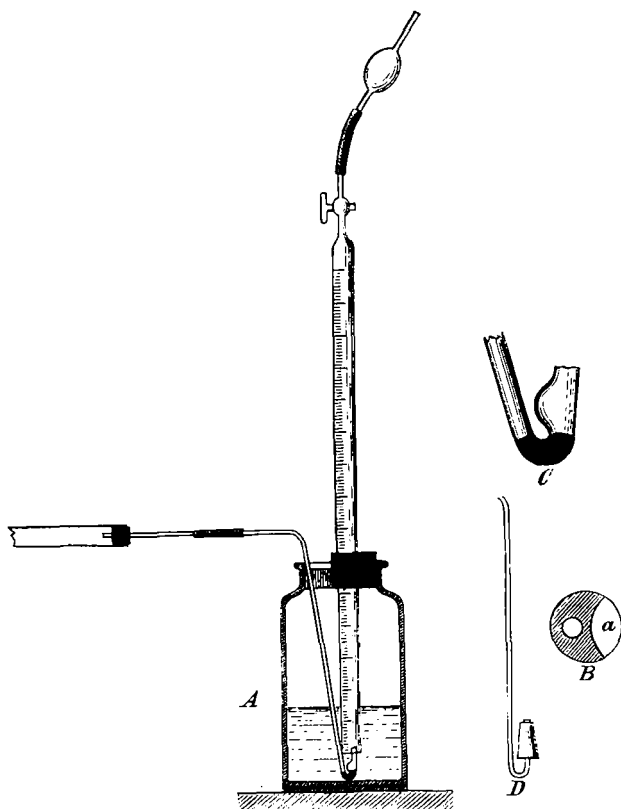
4) Ebendasselbst XIII, 883.

5) Ebendasselbst XIII, 885.

6) Zeitschrift für anal. Chemie 19, 452.

7) Journal für prakt. Chemie 24, 444.

Das Bestreben, welches zur Construction dieser Apparate führte, ging dahin 1) Quecksilber als Sperrflüssigkeit zu vermeiden, 2) das bequeme Füllen des Messrohrs mit der Lauge zu ermöglichen, 3) eine leichte Prüfung der zur Vertreibung der Luft dienenden Kohlensäure auf Reinheit, sowie 4) das directe Ablesen des Gasvolumens an dem noch mit Lauge gefüllten Rohr zu gestatten. Sieht man von der letzten Forderung ab und kehrt zum Ablesen über Wasser zurück, welches Verfahren jedenfalls den Vortheil der grösseren Genauigkeit bietet, da die Dampfspannungen des Wassers genau bekannt sind, so lässt sich die Bestimmung in nachstehend beschriebener Weise erheblich vereinfachen und gestaltet sich so zu einer höchst sauberen und bequemen Operation, während sich die Unkosten auf Anschaffung eines mit einem Glashahn versehenen Messrohrs reduzieren. ¹⁾



¹⁾ Da das Ausmessen des nicht graduirten Theiles einer gewöhnlichen Glashahnbürette keine Schwierigkeiten bietet, kann eventuell jede solche Bürette als Messrohr benutzt werden.

Aus der vorstehenden Zeichnung ist das Arrangement des Apparates leicht verständlich.

A ist eine etwa $\frac{1}{2}$ L fassende, mit eingeschlifftem Stöpsel versehene Glasflasche, welche ungefähr zur Hälfte mit Kalilauge gefüllt ist. Für den Gebrauch ersetzt man den Glasstöpsel durch den Kork B, welcher das Messrohr in senkrechter Lage festhält und durch den Ausschnitt a das bequeme Einführen des Einleitungsrohres gestattet. Dieses ist oberhalb seiner unteren Krümmung C etwas bauchig erweitert und mit einem Tropfen Quecksilber versehen, welcher die directe Berührung der Kohlensäure mit der Kalilauge verhindert. Darf man annehmen, dass die im Verbrennungsrohr in der gewöhnlichen Weise entwickelte Kohlensäure ¹⁾ die Luft grösstentheils verdrängt hat, so verbindet man dasselbe mit dem bereits unterhalb des Messrohres mündenden Einleitungsrohr. Werden die Blasen befriedigend absorbiert, so saugt man die Lauge (zweckmässig mittelst einer eingeschalteten Pipette) in die Höhe und schliesst den Hahn. Sollte sich im Rohr noch ein kleines Quantum Luft ansammeln, so entfernt man dasselbe durch abermaliges Ansaugen und schreitet zur Verbrennung. Ist dieselbe beendigt, so zieht man das Messrohr in dem Kork etwas in die Höhe, entfernt die Zuleitungsrohre, hebt das Rohr sammt dem Kork mittelst des zweimal rechtwinklig gebogenen und am kürzeren Ende mit einem Gummipfropfen versehenen starken Glasstabes D heraus und führt es in einen mit destillirtem Wasser gefüllten Cylinder ein.

Zum Schluss sei mir gestattet nochmals zu betonen, dass der vorgeschlagene Apparat ein mindestens ebenso reinliches und bequemes Arbeiten, wie die oben erwähnten, erlaubt, diesen gegenüber aber einige Vorzüge besitzt, welche in nachstehenden Punkten kurz zusammengefasst sind:

- 1) Die Leichtigkeit der Zusammenstellung mit Hülfe selbst der beschränktesten Laboratoriumsmittel und der Ersetzung etwa abgenutzter Theile.
- 2) Der Wegfall aller Nebengeräthe, mit Lauge in Berührung kommenden Gummischläuche und zerbrechlichen Glastheile.
- 3) Die Aufbewahrung der analytischen Lauge in demjenigen Gefäss, welches während der Bestimmung die Rolle einer pneumatischen Wanne übernimmt.
- 4) Das Arbeiten unter einem constanten und zwar geringen Drucke, da während des Entfernens der im Messrohr angesammelten Luftblase keine Druckerhöhung, wie bei den Apparaten von H. Schwarz und H. Schiff, stattfindet.

¹⁾ Ich kann für diesen Zweck Mangancarbonat sehr empfehlen, da es 1) sehr wenig hygroskopisch ist, 2) einen sehr regelmässigen Kohlensäurestrom giebt und 3) das Fortschreiten der Zersetzung durch Braunfärbung erkennen lässt.