

5. Dass nach Untersuchungen von Orłowsky¹⁾ sämtliche Elemente durch Ammonium- und durch Natriumthiosulfat als Sulfide gefällt werden, die auch durch Schwefelwasserstoff als solche aus saurer Lösung ausgeschieden werden.

322. Clemens Gehrenbeck: Ueber eine Methode, Wasserstoff und Stickstoff gleichzeitig zu bestimmen.

[Mittheilung aus dem organischen Laboratorium der technischen Hochschule zu Aachen.]

(Eingegangen am 26. Juni.)

J. Messinger²⁾ hat vor Kurzem eine sehr bequeme Methode beschrieben, Kohlenstoff auf nassem Wege zu bestimmen, welche nur wenig Aufsicht erfordert; sie ist in letzter Zeit im hiesigen Laboratorium vielfach zur Anwendung gekommen. Bei stickstoffhaltigen Körpern stellt sich aber der Uebelstand heraus, dass man zur vollständigen Analyse des Körpers gezwungen ist, zweimal am Verbrennungsofen arbeiten zu müssen, um Wasserstoff und Stickstoff zu bestimmen; in Folgendem soll eine Abänderung der Dumas'schen Stickstoffbestimmungsmethode kurz beschrieben werden, welche gestattet, diese Bestimmungen gleichzeitig auszuführen.

Die Analyse wird ausgeführt in einem beiderseits offenen Verbrennungsrohre, welches auf die gewöhnliche Art und Weise beschickt wird; auf eine innige Mischung der Substanz mit fein gepulvertem Kupferoxyd oder chromsaurem Blei ist besonders Rücksicht zu nehmen. Hinten wird das Rohr verschlossen mit einem Pfropfen, durch welchen ein Zweiwegehahn geht; der eine Schenkel desselben wird mit einem Trockenapparat für Sauerstoff und Luft verbunden, wie er für die Elementaranalyse Anwendung findet, der andere mit dem Trockenapparat des Kohlensäureentwicklers. Der erstere besteht aus 2 Drechsler'schen Waschflaschen von circa 100 ccm Inhalt, welche mit concentrirter Schwefelsäure gefüllt sind; die Sicherheitskugeln, zu welchen die Zuleitungsrohren erweitert sind, müssen so gross sein, dass sie die gesammte Schwefelsäuremenge aufzunehmen vermögen, damit bei einer etwaigen unregelmässigen Kohlensäureentwicklung ein Zurücksteigen der Schwefelsäure möglich ist, ohne dass dieselbe in dem Kohlensäure-

¹⁾ Diese Berichte XVI, Ref. 807.

²⁾ Diese Berichte XXI, 2910.

entwickler eintritt. Als letzterer kann jeder Apparat dienen, der luftfreie Kohlensäure entwickelt, ich benutze ein Glasrohr mit saurem kohlensauren Natron, welches in einem eisernen Rohre beweglich liegt.

Am anderen Ende des Verbrennungsrohres wird das gewogene Chlorcalciumrohr befestigt, hieran der Apparat, um den Stickstoff aufzufangen. Ich benutze den Schiff'schen Apparat; da bei denselben häufig etwas Kalilauge über den Quecksilberschluss tritt, so habe ich zwischen Chlorcalciumrohr und Stickstoffapparat noch ein kurzes, nicht gewogenes Chlorcalciumrohr eingeschaltet, um zu verhindern, dass das gewogene Chlorcalciumrohr Wasser aus dem Stickstoffapparat aufnimmt.

Zur Ausführung der Analyse wird der Apparat mit Kohlensäure gefüllt, wozu circa $\frac{3}{4}$ bis 1 Stunde Zeit erforderlich ist, sodann wird die Stickstoffbestimmung wie gewöhnlich ausgeführt. Vermehrt sich das Stickstoffvolumen nicht mehr, so nimmt man den Stickstoffapparat und den Kohlensäureentwickler ab, stellt hernach den Zweivegehahn um und leitet erst Sauerstoff, sodann Luft durch den Apparat, wie bei der Elementaranalyse; zum Schluss wird das Chlorcalciumrohr zurückgewogen. Die ganze Analyse erfordert einen Zeitaufwand von 2—2 $\frac{1}{2}$ Stunde.

Folgende Analysen mögen die Genauigkeit der Methode darthun.

Bei den Substanzen 1—4 sind die unter I angeführten Analysen mit Kupferoxyd ausgeführt worden, die übrigen mit chromsauren Blei.

1. Harnstoff, $\text{CO} < \begin{matrix} \text{NH}_2 \\ \text{NH}_2 \end{matrix}$. Schmelzpunkt 132°.

I. 0.0841 g gaben 0.0518 g Wasser und 35.3 ccm Stickstoff von 24° und 756 mm Bar.

II. 0.0778 g gaben 0.0470 g Wasser und 32.5 ccm Stickstoff von 24° und 756 mm Bar.

Ber. für $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$		Gefunden	
		I.	II.
H	6.66	6.84	6.71 pCt.
N	46.66	46.76	46.58 »

2. Acetanilid, $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHCOCH}_3$. Schmelzpunkt 114°.

I. 0.1625 g gaben 0.1002 g Wasser und 15.2 ccm Stickstoff von 22° und 747 mm Bar.

II. 0.1860 g gaben 0.1102 g Wasser und 18 ccm Stickstoff von 23° und 749 mm Bar.

Berechnet für $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}$		Gefunden	
		I.	II.
H	6.67	6.84	6.58 pCt.
N	10.37	10.57	10.55 »

3. Paranitrozimmtaldehyd, $C_6H_4 \begin{smallmatrix} NO_2 \\ \text{CH: CH. COH} \end{smallmatrix}$ Schmp. 142°.

I. 0.2295 g gaben 0.0874 g Wasser und 17.1 ccm Stickstoff von 24° und 748 mm Bar.

II. 0.1644 g gaben 0.0570 g Wasser und 12.1 ccm Stickstoff von 23° und 749 mm Bar.

	Berechnet für $C_9H_7O_3N$	Gefunden	
		I.	II.
H	3.95	4.23	3.85 pCt.
N	7.91	8.22	8.16 »

4. Metanitrobenzoësäure, $C_6H_4 \begin{smallmatrix} NO_2 \\ COOH \end{smallmatrix}$ Schmelzpunkt 141°.

I. 0.1499 g gaben 0.0450 g Wasser und 11.5 ccm Stickstoff von 23° und 748 mm Bar.

II. 0.1540 g gaben 0.0390 g Wasser und 11.8 ccm Stickstoff von 23° und 748 mm Bar.

	Berechnet für $B_7H_5O_4N$	Gefunden	
		I.	II.
H	2.99	3.33	2.82 pCt.
N	8.37	8.50	8.49 »

5. Brom-*m*-dinitrobenzol, $C_6H_3(NO_2)_2Br$ (Br: NO_2 : NO_2 = 1:2:4). Schmelzpunkt 72—73°.

I. 0.2038 g gaben 0.0295 g Wasser und 21 ccm Stickstoff von 23° und 748 mm Bar.

II. 0.2217 g gaben 0.0247 g Wasser und 22.2 ccm Stickstoff von 22° und 749 mm Bar.

	Berechnet für $C_6H_3N_2O_4Br$	Gefunden	
		I.	II.
H	1.22	1.52	1.23 pCt.
N	11.34	11.42	11.18 »

6. Einhorn's Chlorderivat eines Nebenalkaloïdes des Cocaïns, $C_{26}H_{32}N_3ClO$. Schmelzpunkt 220.5°.

I. 0.1346 g gaben 0.0810 g Wasser und 11.3 ccm Stickstoff von 25° und 747.5 mm Bar.

II. 0.1481 g gaben 0.0953 g Wasser und 12.2 ccm Stickstoff von 22° und 747 mm Bar.

	Berechnet für $C_{26}H_{32}N_3ClO$	Gefunden				
		nach den gewöhnlichen Methoden ¹⁾			nach dieser Methode	
		I.	II.	III.	I.	II.
H	7.31	7.21	7.05	7.22	6.70	7.15 pCt.
N	9.60	9.28	9.22	9.14	9.03	9.31 »

Aachen, im Juni 1889.

¹⁾ Diese Berichte XXII, 401.