

leganalysen. Da aber jetzt eine vergleichende Arbeit über sämtliche Methoden zur Bestimmung des Kohlenstoffs in Eisen in Aussicht gestellt wird, woran wir uns zusammen mit mehreren in- und ausländischen Chemikern betheiligen werden, halten wir es für gerathen, die Einzelheiten der Methode und der Versuche später in analytischen Fachzeitschriften zu publiciren und zwar zuerst in »Svenska Jernkontorets Annalen«.

Stockholms Högskolas Laboratorium, Mai 1890.

208. Otto Pettersson: Kohlensäurebestimmungsmethode.

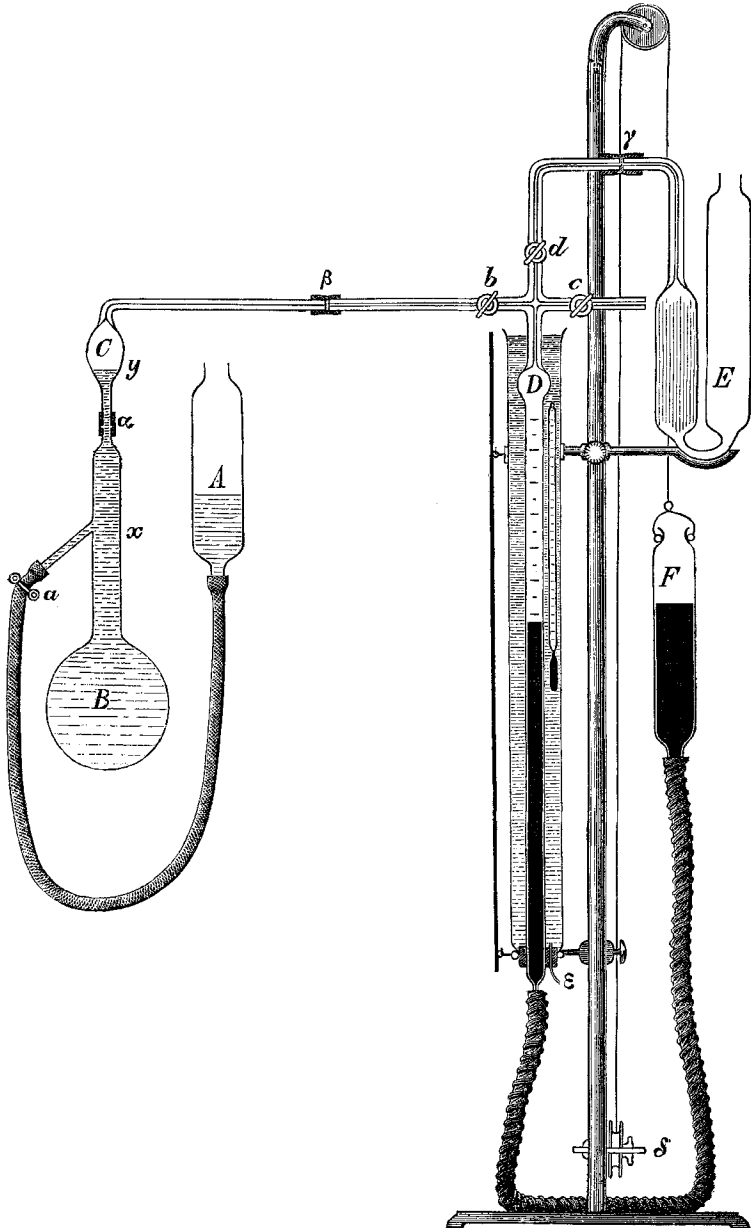
(Eingegangen am 13. Mai.)

In dem Folgenden beschreibe ich ein generelles Verfahren, Kohlensäure in allen festen und flüssigen Substanzen quantitativ zu bestimmen. Besonders eignet sich dasselbe zur Bestimmung der Kohlensäure im gelösten oder theilweise gebundenen Zustand wie z. B. in natürlichem Quellen- oder Meerwasser.

Die kohlensäurehaltige feste Substanz oder Flüssigkeit wird in einem Kochkolben *B* mit verdünnter Säure in vacuo gekocht und die Kohlensäure zugleich durch Wasserstoff verdrängt, welcher sich von einem kleinen Stück Eisen- oder Aluminiumdraht in *B* entwickelt. Diese Wasserstoffentwicklung ist unumgänglich nothwendig, theils um den letzten Rest der Kohlensäure zu verdrängen, theils um das sonst am Ende des Versuchs auftretende heftige Stossen der luftfreien Flüssigkeit zu vermeiden. Um nicht von grossen Wasserstoffquantitäten bei dem Messen der Gase belästigt zu werden, wird das kleine Stück Eisendraht in ein längeres Stück capillares Glasrohr hineingeschoben (wenn man Salzsäure anwendet). Benutzt man Salpetersäure — wie es bei der in dem vorhergehenden Aufsatz von mir und A. Smitt angegebenen Methode zur Bestimmung des Kohlenstoffs in Eisen aus gewissen Gründen nothwendig ist — so liefert ein kleines Stück Aluminiumdraht mit Platindraht umwunden gerade die minimale Gasmenge, welche man zur Vertreibung der Kohlensäure braucht.

Die bei dem Kochen entwickelten Gase werden in der Bürette *D* über Quecksilber im feuchten Zustand gemessen, wonach die Kohlensäure in gewöhnlicher Weise durch Absorption mittelst Kalilauge im Orsat-Rohr *E* zu entfernen ist. Die rückständige kohlensäurefreie Luft kann man jedesmal durch den Hahn *c* nach Belieben ganz oder theilweise entfernen, wonach man durch Senken des Quecksilberreservoirs *F* die Bürette und den Raum oberhalb der Flüssigkeit in *C* beliebig evacuirt, so dass das Kochen unter einem geringen Druck

vor sich geht. Die Kohlensäure wird dann sanft ohne jegliches Stossen und zwar unter Mitwirkung des nascirenden Wasserstoffes



absolut vollständig ausgetrieben, was nach meiner Erfahrung durch Kochen allein niemals gelingt.

Damit nicht zu viel Wasserdampf mit den Gasen nach *D* überdestillirt, hält man während des Kochens den Hahn *b* meistens geschlossen und öffnet ihn nur, wenn man den Gasinhalt aus *C* nach *D* saugen will. Das Ansatzrohr des Helms *C* ist haarfein, die übrigen Röhren sollen zwar eng aber nicht capillar sein. Gewöhnlich findet man am Ende des Versuches eine kleine Wasserschicht von etwa 0.3 bis 0.5 cm oberhalb des Quecksilbermeniscus in *D*. Man hebt das Reservoir *F*, öffnet *b* und treibt dieses Wasser durch die Röhrenleitung nach *C* zurück, ehe man das letzte Auskochen vornimmt. Die Details des Verfahrens sind folgende:

Man füllt die zu analysirende Flüssigkeit durch ein Trichterrohr in den Kolben *B* bis zur Marke *x* und wirft den Metalldraht (den Wasserstoffentwickler) hinein. Der birnenförmige Helm *C* wird mittelst dicken Gummischlauchs von passender Weite bei *α* luftdicht mit dem Hals des Kolbens und bei *β* mit dem Ansatzrohr der Bürette verbunden. Alle Verbindungen müssen durch Umbinden mit Kupferdraht gesichert werden. Man giesst eine hinreichende Quantität verdünnter Salz- oder Salpetersäure in *A*, öffnet die Hähne *a* und *b* (*c* und *d* bleiben geschlossen) und senkt *F* durch Drehen der kleinen mit einer Hemm-Schraube versehenen Walze *δ*. Dabei fliesst Quecksilber aus der vorher gefüllten Bürette und zugleich dringt verdünnte Säure aus *A* in *B* hinein. Sobald dieselbe bis zur Marke *y* steigt, schliesst man den Schraubenquetschhahn *a*, fährt aber fort die Bürette *D* zu entleeren, wodurch in *C* ein luftverdünnter Raum entsteht. Man schliesst *b* und hebt *F*, bis das Quecksilber in *D* und *F* anscheinend gleich hoch steht. Dann öffnet man *d*, bläst durch *ε* einige grosse Luftblasen in das Mantelrohr hinein, welche in dem Wasser aufsteigend eine gleichförmige Temperaturvertheilung darin bewirken, und stellt in gewöhnlicher Weise das Niveau der Natronlauge im Orsat-Rohr *E* scharf auf die Marke der Capillarröhre ein. Man notirt das Gasvolum in *D*, die Temperatur und den Barometerstand und führt danach das Gasmisch in *E* ein. Nach ein paar Minuten ist die Kohlensäure absorhirt und das rückständige Gasvolum wird in der eben beschriebenen Weise in der Bürette gemessen. Durch Wiederholung der Operation überzeugt man sich, dass die Absorption vollständig gewesen.

Die Luft, welche man durch Evacuiren erhalten, zeigt einen sehr geringen Kohlensäuregehalt, welcher hauptsächlich der in *C* vorhandenen Zimmerluft entstammt. Nur wenn die Flüssigkeit in *B* sehr viel Kohlensäure gelöst hat, findet man in der Saugluft mehr als 0.03 cm Kohlensäure.

Nun beginnt das eigentliche Auskochen der Flüssigkeit in *B* durch Erhitzen mittelst eines Kranzbrenners. Zuerst treibt man jedoch so viel von der Saugluft (durch den Hahn *c*) aus *D*, dass nur etwa 13 cm darin zurückbleiben. Ungefähr die Hälfte von dieser Luft führt man

in *E* über, schliesst *d* und senkt *F*, bis der Druck in *D* nur etwa 110—130 mm beträgt. Oeffnet man jetzt *b*, so kommt die Flüssigkeit in *B* rasch in's Sieden und die darin gelösten Gase gehen nach *D* über, ohne merkbare Mengen von Wasser mitzuführen. Kleine Wassertropfen, welche sich in der Capillare ansammeln, kann man durch rasches Heben von *F* nach *C* zurückführen. Uebrigens braucht man den Hahn *b* nicht beständig während des Kochens offen zu halten, sondern nur zeitweise, wenn man das in *C* angesammelte Gas in *D* überführen will. Zuerst entwickelt sich das Gas in *B* moussirend, schliesslich in grossen Blasen aber niemals stossend. Sobald sich die Bürette *D* mit Gas unter $\frac{1}{6}$ oder $\frac{1}{7}$ Atmosphärendruck gefüllt hat, schliesst man *b* und bestimmt die Kohlensäure in dem Gasgemisch wie früher. Dabei braucht das Kochen in *B* nicht aufzuhören, man macht nur die Flamme kleiner. Man muss gewöhnlich drei, bisweilen vier solche Operationen ausführen, bis man ein ganz kohlenstoffreies Gasgemisch in *D* erhält. Hat man nach 10—15 Minuten nicht mehr als 0.03 oder 0.02 ccm Kohlensäure erhalten, so kann man aufhören, weil dann sämmtliche Kohlensäure aus *B* entfernt ist, wie man sich leicht überzeugen kann. Um eine Idee von dem Verlauf einer solchen Analyse zu geben, mögen einige Beispiele am Platze sein:

I. Kohlensäurebestimmung in 282 ccm Meerwasser (Skagerack 445 m Tiefe).

1. Saugluft = 0.04 ccm Kohlensäure. 2. Erstes Auskochen 15' = 12.18 ccm.
3. Zweites Auskochen 15' = 1.44 ccm. 4. Drittes Auskochen = 0.22 ccm.
5. Viertes Auskochen = 0.05 ccm. Zusammen Kohlensäure (reducirt auf 0° und 760 mm) im Liter Meerwasser = 46.04 ccm.

II. Kohlensäurebestimmung in 0.0424 g Calciumcarbonat (isländischer Kalkspath). In 4 Operationen wurden erhalten 9.46 ccm Kohlensäure bei 0° und 760 mm = 0.0186 g, berechnet = 0.01865 g Kohlensäure.

III. Kohlenstoffbestimmung in Eisen (siehe den vorhergehenden Aufsatz).

1. Aus 0.3406 g Gusseisen wurden erhalten = 22.62 ccm Kohlensäure bei 0° und 760 mm, entsprechend einem Gehalt von 3.56 pCt. gebundenem Kohlenstoff.
2. Aus 0.4321 g Eisen von derselben Sorte erhielten wir = 28.84 ccm Kohlensäure, entsprechend einem Gehalt von 3.578 pCt. gebundenem Kohlenstoff.

Diese Methode hat neulich eine weitgehende Anwendung gefunden bei der Mitte Februar dieses Jahres von uns ausgeführten hydrographischen Untersuchung des Skagerack und Kattegatt. Mittelst derselben wurde die Kohlensäure in mehr als 110 Wasserproben bestimmt, welche in evacuirten Röhren während der Expedition von allen Tiefen des Meeres genommen und in zugeschmolzenem Zustande aufbewahrt wurden. Es muss bemerkt werden, dass in solchen Analysen, wo nicht gelöste Kohlensäure, sondern der Kohlensäuregehalt einer festen Substanz wie in II und III bestimmt werden soll, man durch eine besondere Analyse den Kohlensäuregehalt des destillirten Wassers feststellen muss.

Der Apparat lässt sich leicht reinigen. Man löst den Schlauch

von der Bürette und reinigt dieselbe mittelst einer kleinen Federfahne, befestigt an einem eisernen Draht. Gewöhnlich braucht man nur destillirtes Wasser durch *c* einzunehmen und die Bürette damit auszuspülen.

Die Dimensionen sind an der Figur in $\frac{1}{6}$ Grösse gegeben. Die gewöhnlichen Kochkolben halten etwa 580 ccm bis zur Marke *y*. Die Bürette enthält bis zum ersten Strich 13 ccm, im Ganzen 48 ccm. Franz Müller in Bonn fertigt die Glasteile oder den ganzen Apparat in der sorgfältigsten Weise.

Stockholm, 10. Mai 1890. Högskolas Laboratorium.

209. W. E. Stone: Zur Kenntniss der Kohlenhydrate der Süsskartoffel (*Batatas edulis*).

(Eingegangen am 12. Mai.)

In den Vereinigten Staaten findet die spanische oder Süss-Kartoffel (*Batatas edulis*) vielfach als Gemüse Anwendung und sie ersetzt in den südlichen Staaten die gewöhnliche Kartoffel (*Solanum tuberosum*) fast vollständig.

Ogleich der süsse Geschmack dieser Kartoffel längst bekannt ist, fehlt es doch in der Literatur an wirklich zuverlässigen Angaben über die Art des Zuckers oder der Substanz, welche diesen Geschmack veranlasst, denn es ist zwar in manchen Analysen Rohrzucker angeführt, es ist jedoch nirgends wirklich bewiesen, dass der vorhandene Zucker Rohrzucker ist, denn die bisher angewandten Methoden sind hierzu nicht genügend und jedenfalls weniger beweisend als die Abscheidung des Rohrzuckers in Substanz.

Wenn man etwas frische, fein zerriebene Süsskartoffel mit kaltem Wasser mischt, nach einiger Zeit abfiltrirt und die gelbliche Flüssigkeit mittelst Fehling'scher Lösung auf reducirenden Zucker prüft, bekommt man meistens keine Reduction. Nur bei ziemlich alten und verwelkten Kartoffeln habe ich eine Reduction bemerkt, aber selbst in diesen Fällen war die Reduction immer nur minimal. Untersuchungen von verschiedenen Sorten gaben immer den obigen Erfolg. Die frische Süsskartoffel enthält also keinen reducirenden Zucker. Sie enthält aber ein Kohlenhydrat, welches mit grösster Leichtigkeit reducirenden Zucker liefert, wie dies seit langer Zeit bekannt ist und sich sofort zeigt, wenn man den obigen Auszug der Kartoffel mit etwas einer verdünnten Säure erwärmt und dann mit Fehling'scher Lösung prüft.

Um den vorhandenen Zucker zu isoliren, wurden 300—400 g der frisch zerriebenen Kartoffeln mit starkem Alkohol am Rückfluss-