

und Gallussäure zusammen, gebundene und in Glas No. 3 die durch die Nichtgerbsäuren plus Gallussäure, beziehungsweise das Tannin, gebundene Jodmenge.

Bei Bestimmung der Salpetersäure nach Böhmer's Verfahren*) hat H. Wilfarth**) zum Theil wenig befriedigende Resultate erhalten. Er glaubt, dass um das genannte Verfahren genau zu machen die Kohlensäure zweckmässig durch Wasserstoff ersetzt werden müsste, weil erstere sich in der Chromsäuremischung auflöst und man mehrere Stunden lang Luft durch die Apparate leiten muss, ehe die Kohlensäure wieder ausgetrieben und constantes Gewicht erzielt ist. Wilfarth hat jedoch Versuche zur Verbesserung der Böhmer'schen Methode nicht angestellt und schlägt an deren Stelle ein anderes Verfahren vor, welches nach ihm noch mehr zu leisten verspricht und besonders bei Gehaltsbestimmung des Chilisalpeters rasch genaue Resultate erzielen lassen soll. Dasselbe beruht auf Ueberführung des entwickelten Stickoxyds in Salpetersäure und acidimetrische Bestimmung desselben; die Ueberführung wird durch Wasserstoffsperoxyd***) in alkalischer Lösung bewirkt. †)

Zur Ausführung der Salpetersäurebestimmung bringt man eine etwa 0,5 g Salpeter entsprechende Menge des Untersuchungsobjectes in das Zersetzungsgefäss des schon von Böhmer (l. c.) beschriebenen Apparates. Das in demselben entwickelte Gas muss durch zwei Reagenströhren passiren, von denen die erste mit 10 cc einer 20 % krystallisirte Soda enthaltenden Lösung, die zweite mit 10 cc titrirter Natronlauge ††) gefüllt ist. Der Inhalt beider Reagircylinder wird ausgekocht und nun luftfreie Kohlensäure so lange durch die Apparate geleitet, bis ein Absorptionsversuch mit Kalilauge zeigt, dass alle atmosphärische Luft aus denselben verdrängt ist. Alsdann verbindet man den Fig. 68 (a. d. folg. Seite) abgebildeten Absorptionsapparat mit dem vorbeschriebenen Apparate. Dem Absorptionskolben C von 250 cc Inhalt wird das im Zersetzungsgefäss

*) Diese Zeitschrift 22, 20.

**) Landw. Versuchsstationen 19, 439; vom Verfasser eingesandt.

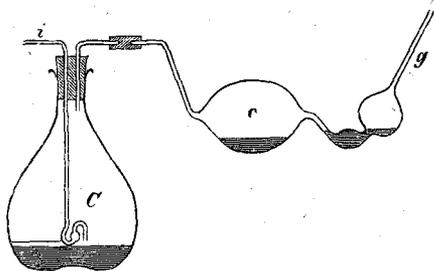
***) Dasselbe muss möglichst rein sein und darf insbesondere höchstens Spuren von Kieselsäure enthalten, da bei Gegenwart letzterer der Farbenumschlag beim Titriren undeutlich wird.

†) Vergl. hierzu Hampe, dieses Heft p. 578.

††) Zur Controle, dass keine Salzsäure bis hierher übergegangen, auch keine Salpetersäurebildung durch Diffusion des Sauerstoffs aus dem Absorptionskolben bei etwaigem Stillstand der Gasentwicklung stattgefunden hat. Man soll diese Controle auch entbehren können.

erzeugte und gewaschene Stickoxydgas durch die Röhre *i* zugeführt, welche an ihrer Mündung nahe der Oberfläche der Flüssigkeit etwas erweitert und umgebogen ist, so dass durch ein Tröpfchen Wasser hier ein Verschluss gebildet werden kann, welcher eine Diffusion gegen den Gasstrom verhindert. Das Gefäß *c* ist birnförmig, etwa 150 cc gross, seine Achse liegt nahezu horizontal. Man beschickt den Absorptionsapparat, indem man im Kolben *C* 20 cc Wasserstoffsperoxyd *) von genau bestimmtem Säuregehalt mit 20 cc titrirter Natronlauge **) mischt und etwa $\frac{1}{3}$ der Flüssigkeit in den Apparat *c* saugt, zu welchem Zwecke der Schenkel *g* so lang sein muss, dass der Boden des Kolbens *C* bequem erreicht werden kann. Der Apparat wird dann so befestigt, dass sich ein Theil des Aufgesogenen in dem Gefäß *c* befindet. Bei

Fig. 68.



dieser Versuchsanordnung streicht das entwickelte Stickoxydgas über die Oberfläche der Flüssigkeiten. Leitet man dasselbe in Blasen durch die alkalische Wasserstoffsperoxydlösung, so tritt eine zu rasche Zersetzung ein. Erst der letzte Rest des Gasstromes ist ge-

zwungen durch die Flüssigkeit zu gehen, damit hier geringe Säuremengen vollständig zurückgehalten werden. Bei *g* kann man zur Controle noch einen mit alkalischem Wasserstoffsperoxyd beschickten Apparat anfügen. Man füllt nun durch den Scheidetrichter des Zersetzungskolbens letzteren mit 20—30 cc concentrirter Eisenchlorürlösung und 60 cc Salzsäure von 1,124 specifischem Gewicht, erhitzt bis nahe zum Kochen und stellt die Kohlensäure ab. Wenn die Stickoxydentwicklung beginnt, macht man

*) 5 cc desselben entwickelten in Wilfarth's Versuchen beim Erwärmen mit etwas chromsaurem Kali in schwach saurer Lösung 60—70 cc Sauerstoff.

**) von 1,0212 specifischem Gewicht; dieselbe ist der anzuwendenden Schwefelsäure genau gleich gestellt, so dass 20 cc = 20,31 g Säure mit 20 cc = 20,42 g Natron zusammengemischt neutral reagiren. Der Titer der Schwefelsäure wurde sowohl durch Fällen mit Chlorbaryum und Reinigen des geglühten Niederschlages durch Ausziehen mit (1:3) verdünnter Salzsäure, als auch gegen kohlensaures Natron festgestellt, welches bei 120° C. bis zum constanten Gewicht getrocknet war; nur wenn man wie hier angegeben verfährt, erhält man bei diesen beiden Bestimmungsweisen einen übereinstimmenden Titer.

die Flamme ganz klein, so dass die Zersetzung allmählich und gleichmässig erfolgt und die Dauer derselben vom Anfang der Entwicklung bis zum beginnenden Hellwerden der Flüssigkeit 20—30 Minuten beträgt. Wenn die Stickoxydentwicklung fast aufgehört hat, leitet man wieder Kohlensäure durch den Apparat bis man sicher ist, alles Stickoxyd ausgetrieben zu haben. Man muss das Kochen noch einige Zeit fortsetzen, nachdem die Flüssigkeit schon die Farbe des reinen Eisenchlorids angenommen hat. Wenn die Operation beendet ist, spült man den Inhalt von c wieder in den Kolben C zurück, übersättigt mit Schwefelsäure, *) lässt einige Minuten stehen, kocht zur Vertreibung der Kohlensäure, kühlt bis Zimmertemperatur ab und titrirt mit Natron zurück. Das Abkühlen ist nöthig, weil der Indicator **) in der Hitze durch das noch überschüssig vorhandene Wasserstoffsperoxyd zerstört wird.

Ueber den Alkaloidgehalt verschiedener Lupinenarten hat Ernst Tæuber **) Untersuchungen veröffentlicht, auf welche hier aufmerksam gemacht werden soll.

Prüfung der Chininsalze. M. Rozsnyay †) macht darauf aufmerksam, dass Chininsalze, insbesondere salzsaures Chinin, alle von den Pharmacopöen vorgeschriebenen Proben aushalten und dennoch stark verunreinigt, beziehungsweise verfälscht sein können. Er empfiehlt als bestes Mittel zur Untersuchung der Chininsalze die Prüfung ihrer Lösungen im polarisirten Licht. ††) Rozsnyay nennt die 5 procentigen Lösungen »Normallösungen«. Die mit Schwefelsäure angesäuerte, wässrige Normallösung des Chininsulfats lenkt im 200 mm langen Rohr des Steeg- und Reuter'schen Weinprobers den Strahl des polarisirten Lichtes um -22° ab, während Cinchonidin -14° , Conchinin (Chinidin) $+28^{\circ}$, Cinchonin $+24^{\circ}$ ablenkt. Die Salze der optisch inactiven Säuren lenken den Strahl des polarisirten Lichtes proportional ihrem

*) Die bei der Operation gebildete kleine Menge salpetrige Säure wird nicht in alkalischer, aber sofort in saurer Lösung durch das noch zur Hälfte vorhandene Wasserstoffsperoxyd oxydirt.

**) glycerinhaltige Lackmuslösung (diese Zeitschrift 22, 76).

***) Landw. Versuchsstationen 19, 452.

†) Pharm. Ztg. 28, 645.

††) Ueber die optische Analyse der Chinabasen siehe diese Zeitschrift 11, 328, sowie die in Husemann und Hilger, Pflanzenstoffe, 1884 S. 1415 zusammengestellte Literatur. W. L.