140°C zu Stickstoff reduziert. SO₂ wird an Mangandioxid (bei 135°C) entfernt. Stickstoff und Kohlendioxid werden manometrisch bestimmt. Wasser wird vorher an Uran bei 800°C zu Wasserstoff reduziert und ebenfalls manometrisch bestimmt. Für die Stickstoff- und Kohlendioxidmenge müssen Korrekturen angebracht werden, da der Stickstoff etwa 0,14% Kohlendioxid enthält, während das Kohlendioxid noch 0,05% Stickstoff enthält. — *Arbeitsweise.* Ein Aufschlußröhrchen wird mit 3–5 mg Probe und 1 g Kupferoxid beschickt und 1,5 Std auf 925° bis 950°C erhitzt. Dann gibt man das Röhrchen in das Reaktionsgefäß (*A*) (Abb. 1), evakuiert 6 min und erhitzt auf 600°C. Dann schließt man das Ventil *I*, bricht die Spitze des Aufschlußröhrchens ab und saugt die Verbrennungsprodukte über die Kupferamalgamschicht (*K*) in die Falle *B* (–95°C) und über die Capillare *C* in die Falle *D* (–196°C) sowie durch den Uranreaktor *E* (140°C). Nach 3 min Pumpen öffnet man das Ventil 4 und pumpt das Aufschlußröhrchen noch 3 min aus. Dann schließt man die Ventile 2, 3 und 4. Man mißt nun den Stickstoff, indem man das Quecksilber im Manometerrohr *O* so lange steigen läßt, bis in der Gasbürette *H* eine bestimmte Volumenmarke erreicht ist. Nun taut man die Falle *D* auf, leitet das Gas (CO₂ und SO₂) über die MnO₂-Schicht *F* (135°C) (zur Absorption von SO₂) und mißt das Volumen von CO₂. Dann wird die Falle *B* aufgetaut und der Wasserdampf über die auf 800°C erhitzte Uranschicht *G* geleitet. Der entstandene Wasserstoff wird ebenfalls manometrisch bestimmt.

¹ Mikrochim. et Ichnoanalyt. Acta (Wien) **1962**, 993; vgl. diese Z. **203**, 136 (1964). — ² Mikrochim. et Ichnoanalyt. Acta (Wien) **1963**, 561–566. Lawrence Radiation Lab., Univ. Livermore, Calif. (USA). G. KAINZ

In einem Hinweis zur Stickstoffbestimmung nach dem Kjeldahl-Verfahren empfehlen W. KÜHNERT und H. J. BAUER¹, das übergetriebene Ammoniak in gesätt. Borsäurelösung aufzufangen und direkt mit Säuremaßlösung zu titrieren. Das bereits von L. W. WINKLER² vorgeschlagene Verfahren wird in einer Parnas-Wagner-Apparatur folgendermaßen ausgeführt: In der Vorlage befinden sich 25 ml gesätt. Borsäurelösung. Im kräftigen Wasserdampfstrom und unter Kühlung wird das Ammoniak in 5 min quantitativ überdestilliert (mindestens 40–60 ml Destillat), wobei das Ablaufrohr nicht in die Borsäurelösung eintaucht. Anschließend titriert man das nur locker an die Borsäure gebundene Ammoniak mit Säuremaßlösung gegen Tashiro-Mischindicator (Methylrot + Methylenblau). Enthält das zur Wasserdampfdestillation verwendete Wasser NH₃-Spuren, so müssen diese durch Zusatz von Schwefelsäure, Alaun oder Aluminiumsulfat (von den beiden letzten je etwa 1 g/l) gebunden werden.

¹ Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **102**, 431 (1963). Lebensmittelchem. Abt. Stendal, Bezirkshygieneinst. Magdeburg. — ² Z. Angew. Chem. **26**, 232 (1913); vgl. diese Z. **53**, 51 (1914). D. KLOCKOW

Eine Verbesserung der direkten Sauerstoffbestimmung in organischen Verbindungen beschreiben E. A. BONDAREVSKAJA und M. O. KORŠUN¹. Die Fehlerquellen bei der üblichen Koršun²- und der Unterzaucher-Methode³ werden meist durch geringen Sauerstoffgehalt im Stickstoff, durch die Reaktion von Quarz mit Kohlenstoff bei Temperaturen über 1000°C und durch Jodpentoxid verursacht. Die Stickstoffreinigung erfolgt nach dem jetzigen Vorschlag an Ni-Ruß bei 900°C, die Oxydation von CO an CuO bei 100–150°C und die Absorption von CO₂ in Ascarit. Statt Pt-Ruß wird Ni-Ruß bei der Temperatur 900°C als Füllung im Verbrennungsrohr angewendet. — *Darstellung von Ni-Ruß.* 200 g Nickelnitrat werden in Wasser gelöst und mit 50 g Ruß, der vorher mit Salzsäure bearbeitet wurde, gemischt. Die so erhaltene Paste wird bei 110°C getrocknet