

daß es in jedem organischen Laboratorium wertvolle Dienste leisten wird, da es bei aller Fülle des behandelten Materials klar und übersichtlich geschrieben ist.

R. Fresenius.

### 1. Elementaranalyse.

**Stickstoff.** Der qualitative Stickstoffnachweis in organischen Stoffen wird von J. B. Robertson<sup>1)</sup> in der Weise ausgeführt, daß die Substanz (0,02 g) in einem engen Verbrennungsrohr mit ungefähr dem gleichen Volumen Eisenfeilgrieb und 0,04 g Natrium oder Kalium vorsichtig bis zum Schmelzen des Alkalimetalls erhitzt und 3 Min. lang bei dieser Temperatur belassen wird, um dann noch 1 Min. lang mit voller Hitze der Bunsenflamme geglüht zu werden. Der noch heiße Rückstand wird in einem Mörser mit 10 *ccm* Wasser zerkleinert und abfiltriert. 5 *ccm* des Filtrats werden mit 1 *ccm* konz. Ferrosulfatlösung, 1 Tropfen Ferrichlorid- und 2 Tropfen Sodalösung aufgeköcht (2 Min.) und nach dem Abkühlen angesäuert. Um in Zweifelsfällen den Einfluß der gelben Eisenfärbung auf die bei Anwesenheit von Stickstoff auftretende Berlinerblaufärbung auszuschalten, wird Phosphorsäure zugesetzt und außerdem ein Blindversuch durchgeführt. 0,1 *mg* Stickstoff ist noch erkennbar.

Über Untersuchungen auf dem Gebiete der analytischen Chemie stickstoffhaltiger organischer Substanzen berichten J. W. Alexejewski und S. J. Golbreich<sup>2)</sup>. Sie beschäftigen sich mit der Stickstoffbestimmung in Nitroverbindungen, und zwar verwenden sie dafür die Methode der Alkalischmelze. Diese führt auch ohne Zusatz besonderer Reduktionsmittel zu reichlicher Entwicklung von Ammoniak und gibt bei Mononitroverbindungen quantitative Ausbeuten. Sie erfolgt in einem Röhrchen von 15 *cm* Länge und 1,2 *cm* Weite, das mit der Mischung der Substanz mit fein zerkleinertem Ätzalkali beschickt wird. Das gebildete Ammoniak wird mittels eines mäßigen Luftstromes in 25 *ccm* 0,08 n-Schwefelsäure gesaugt, die sich in einem nach W. Mc K. Martin und J. R. Green<sup>3)</sup> konstruierten Absorptionsapparat befinden. Da sich die Ausbeute an Ammoniak mit steigender Anzahl der Nitrogruppen erheblich verringert (sie beträgt bei Tetranitroverbindungen z. B. nur noch 50%), muß die Schmelze bei Polynitroverbindungen in Gegenwart von Zink erfolgen. Verläuft die Umsetzung auch dann noch nicht quantitativ, so empfiehlt sich einerseits die Verwendung von Ätzkali statt Ätznatron, andererseits die Verkleinerung der Abmessungen des Röhrchens (10 *cm* lang, 0,7 *cm* weit) und die Verringerung der Substanzmenge sowie der Ätzkalimenge. Das Ammoniak wird dann zweckmäßig in zwei Péligotröhrchen aufgefangen und colorimetrisch mit Neßlers Reagens bestimmt. Die dann noch auftretenden Analysenfehler betragen nicht über 2%.

O. Ripl.

<sup>1)</sup> Journ. South Afric. chem. Inst. **20**, 17 (1937); durch Chem. Zentrbl. **108**, I, 4135 (1937). — <sup>2)</sup> Chem. Journ., Ser. B, Journ. angew. Chem. (russ.) **9**, 1535 (1936); durch Chem. Zentrbl. **108**, I, 4271 (1937). — <sup>3)</sup> Vgl. diese Ztschrift. **96**, 340 (1934).