In der fertig gefüllten Röhre wird nun ein Canal geklopft, hierauf wird sie vorn mit den Absorptionsapparaten, hinten mit den Reinigungsapparaten für die eintretende Luft verbunden, die Leitung nach letzteren mit einem Quetschhahn zunächst geschlossen und dann die Verbrennung ganz nach den gewöhnlichen Regeln vollzogen. Am Schlusse lässt man 10—15 Minuten lang einen Luftstrom durch das Rohr hindurchgehen, dreht die Flammen aus und leitet durch das erkaltende Rohr noch etwa 1 l Luft.

Nach Beendigung der Verbrennung schüttet man die Fällung des hinteren Endes aus und zieht die Kupferspirale aus dem Rohre.

Die zwischen den Asbeststopfen eingeschlossene Hauptschicht des Präparates kann, so lange die Glasröhre noch gut ist, unverändert zu einer neuen Verbrennung benutzt werden.

Zur gleichzeitigen Bestimmung von Schwefel und Kohlenstoff in organischen Substanzen erhitzt L. Prunier*) den fein gepulverten Körper in einem gewöhnlichen Verbrennungsrohre mit 80—100 Theilen reinem krystallisirtem übermangansaurem Kali, mit welchem er vorher in einem Mörser innig gemischt wird.

Die Verbrennung wird im wesentlichen genau ebenso durchgeführt wie bei der gewöhnlichen Elementaranalyse mit Kupferoxyd. Die entweichenden Gase leitet man in eine wässrige Chamäleonlösung und lässt sie schliesslich eine Controlröhre mit Barytwasser passiren. In letzterem darf sich keine Trübung zeigen, vielmehr soll sämmtlicher Schwefel und Kohlenstoff im Rohre, respective der Chamäleonlösung, zurückgehalten werden.

Man behandelt nach Beendigung der Verbrennung den Inhalt des Rohres mit Wasser und filtrirt die allen Schwefel enthaltende Lösung von dem ziemlich bedeutenden unlöslichen Rückstand von Manganoxiden mit Hülfe eines Asbestfilters ab.

In der Hälfte des Filtrates fällt man nach dem Ansäuern mit Salzsäure die Schwefelsäure mit Chlorbaryum aus und bringt den schwefelsauren Baryt in bekannter Weise zur Wägung.

Der Kohlenstoff, welcher sich zum grössten Theil in der Lösung, in geringerer Menge aber meist auch noch in dem Manganoxyniederschlag befindet, ist bei der ursprünglichen Erhitzung mit übermangan-

*) Comptes rendus 109, 904.

saurem Kali nicht vollständig in Kohlensäure übergeführt worden. Durch fortgesetztes Kochen bei Gegenwart von Schwefelsäure lässt sich diese völlige Oxydation aber bewirken; die dabei entweichende Kohlensäure fängt man in bekannter Weise in Absorptionsapparaten auf und wägt sie. Man muss diese Operation mit der Lösung und dem Rückstand besonders vornehmen, weil sich erstere nur auf die Hälfte, letzterer auf die Gesamtmenge der angewandten Substanz bezieht. Sollte das angewandte übermangansaurer Kali Substanzen enthalten, welche die Kohlenstoffbestimmung zu beeinflussen im Stande wären, Nitrate, Chlorate etc., so müsste man durch einen blinden Versuch die Correctur feststellen, die bei der Kohlenstoffbestimmung in Rechnung zu bringen wäre.

Bisher hat der Verfasser die Methode nur auf Verbindungen, die Kohlenstoff, Wasserstoff und Schwefel, oder auf solche, die ausserdem noch Sauerstoff enthielten, angewandt. Nach seinen Mittheilungen hat sie bisher stets eine befriedigende Genauigkeit der Resultate gezeigt, selbst bei Substanzen, die bis zu 65 % Schwefel enthielten.

Zur Bestimmung des Schwefels in organischen Substanzen empfiehlt W. Burton*) eine rasch ausführbare Modification des Sauer'schen Verfahrens**), die darauf beruht, dass man die Verbrennungsgase durch eine bekannte Menge von titrirter Kalilauge leitet, so dass alle Schwefelsäure und schweflige Säure absorbiert wird. Nach Beendigung der Verbrennung wird unter Benutzung von Tropäolin OO***) der Rest des Kalis, welches frei oder an Kohlensäure gebunden ist, zurücktitriert.

Da dieser Indicator durch Kohlensäure gar nicht beeinflusst wird, so lässt sich auf diese Weise der Schwefel scharf bestimmen, weil, einerlei ob er zu schwefliger Säure oder zu Schwefelsäure oxydiert wurde, jedem Cubikcentimeter von durch die Verbrennungsgase neutralisirtem Normalalkali 16 mg Schwefel entsprechen.

Bei der Ausführung des Verfahrens werden hinsichtlich der Form und Beschickung der Röhre und der Verbrennung im Sauerstoffstrom im wesentlichen genau die Angaben von Sauer befolgt.

Als Vorlage benutzt der Verfasser statt der Péligot'schen Röhre eine der von H. Fresenius†) angegebenen ähnliche Flasche mit ange-

*) American chemical Journal **11**, 472.

) Diese Zeitschrift **12, 32 und 178.

***) Vergl. diese Zeitschrift **17**, 474 und **19**, 341.

†) Diese Zeitschrift **14**, 332.