Verbrennung des zu untersuchenden, kohlenstoffhaltigen Körpers in der Bombe erfolgt genau so wie bei einer Heizwertbestimmung. Nach dem Abkühlen der Bombe werden die Verbrennungsgase in die Absorptionsgefässe geleitet. Zu diesem Zwecke verbindet man das äussere Ende der Auslassöffnung mit einem System von vier 10—12 *cm* langen und zirka 1,5 *cm* weiten U-Röhren, die mit Glasstopfen versehen sind. Die erste und die letzte dieser Röhren sind mit Bimssteinstückchen gefüllt, welche mit Schwefelsäure getränkt sind, die beiden mittleren sind mit feinkörnigem Natronkalk beschickt. Die zweite, dritte und vierte U-Röhre sind vorher zusammen gewogen worden. An die U-Röhren schliesst sich eine mit Wasser beschickte, kleine Waschflasche an; diese dient zur Kontrolle der Geschwindigkeit des Gasstromes. Den Schluss des ganzen Systems bildet ein grosser Aspirator. Bevor man die Bombe öffnet, prüft man den Apparat mit Hülfe des Aspirators auf seine Dichtigkeit. Sodann öffnet man das Ventil der Auslassöffnung vorsichtig so weit, dass die Geschwindigkeit der durch den Absorptionsapparat entweichenden Gasmenge $\frac{1}{2}$ *l* in der Minute beträgt. Ist der in der Bombe herrschende Überdruck ausgeglichen, so lässt man durch die Einlassöffnung trockene, kohlensäurefreie Luft eintreten. Nachdem man so den Apparat mit 9 *l* Luft durchgespült hat, bringt man die 3 letzten Absorptionsgefässe zur Wägung.

Ist die Verbrennung vollständig gewesen, so ist in der Bombe weder unverbrannter Kohlenstoff zu sehen noch ein starker Geruch wahrzunehmen.

Die Resultate der vom Verfasser ausgeführten Bestimmungen zeigen mit den nach der Kupferoxyd-Methode erhaltenen sehr gute Übereinstimmung. Versuche, auf analoge Weise auch den Wasserstoff zu bestimmen, führten bisher nicht zum Ziele.

Über die Modifikationen der Kjeldahl'schen Stickstoffbestimmungsmethode hat Albert Atterberg¹⁾ vergleichende Versuche angestellt und gelangte hierbei zu folgenden Resultaten:

Die beste Oxydierungsflüssigkeit bei Stickstoffbestimmungen nach Kjeldahl's Methode ist eine Mischung von 20 *cem* konzentrierter Schwefelsäure mit 15 bis 18 *g* Kaliumsulfat bei Zusatz von etwas Quecksilber. Bei nicht schäumenden Substanzen kann das Kaliumsulfat

¹⁾ Chemiker-Zeitung 22, 505.

gleich anfangs zugesetzt werden; sonst fügt man es am besten nach erfolgter Lösung der Substanz zu. Nach etwa einer halben Stunde wird die Flüssigkeit farblos, man setzt jedoch das Kochen zur vollständigen Oxydation noch weitere 15 Minuten fort. Eine grössere Kaliumsulfatmenge beschleunigt die Oxydation ein wenig, verursacht aber leicht Schäumen.

b. Bestimmung näherer Bestandteile.

Die Bestimmung der Zitronensäure lässt sich nach P. Weijer¹⁾ mit, für pharmazeutische Zwecke, genügender Genauigkeit in folgender Weise ausführen.

Die Zitronensäure enthaltende Lösung wird unter Zusatz von verdünnter Schwefelsäure und einer 3-prozentigen Kaliumpermanganatlösung destilliert: Die entstehende Kohlensäure fängt man in einer titrierten Lösung von Barythydrat auf und bestimmt den Überschuss an letzterem nach Winkler durch Titration mit einer eingestellten Salzsäure. 1 Mol. Zitronensäure liefert hierbei 3 Mol. Kohlensäure und 1 Mol. Azeton.

Über die quantitative Bestimmung von Azetanilid hat W. A. Puckner²⁾ Versuche angestellt und gefunden, dass dieses schon bei relativ niedrigen Temperaturen ziemlich flüchtig ist. Hat man Azetanilid in Äther- oder Chloroformlösung, so kann man das Lösungsmittel bei gewöhnlicher Temperatur verdunsten lassen und den Rückstand über konzentrierter Schwefelsäure bis zu konstantem Gewicht trocknen. Wird das Lösungsmittel abdestilliert und der Rückstand bei 50—60° getrocknet, so ist der Gewichtsverlust noch gering, während bei 95° das Azetanilid merklich flüchtig ist. Man erhält aber doch genaue Resultate, wenn man nach Abdestillieren des Chloroforms das Destillationsgefäss bis zum Beginn der Kristallisation in Bewegung hält und dann 2 Stunden bei 95° trocknet.

Zur Bestimmung des Schwefelkohlenstoffs in Benzol fügt M. Weiss³⁾ zu 2,5 g Benzol 2,5 ccm einer gesättigten alkoholischen Kalilauge, lässt 5 Minuten stehen und erhitzt eine Stunde lang am Rückflusskühler bei 60° C. Man spült mit Wasser in ein Becherglas, ver-

1) Pharm. Weekblad **46**, 990; durch Chem. Zentralblatt **80**, II, 1010.

2) Pharm. Rev. 1905, S. 302; durch Zeitschrift d. allgem. österr. Apotheker-Vereins **44**, 11.

3) Journ. Ind. Eng. Chem. 1909, S. 604; durch Chemiker-Zeitung **23**, R. 489.