Verbrennung eine vollständige Mischung der Substanz und des Sauerstoffs ein, so dass bei der Entzündung die Verbrennung in dem ganzen Raume gleichmässig erfolgt. Unter diesen Umständen wirkt überschüssiger Sauerstoff nur wie ein indifferentes Gas hemmend und kann eventuell (wenn der Ueberschuss zu bedeutend ist) sogar bewirken, dass die Verbrennung unvollständig bleibt.

Bei flüchtigen Körpern hat man eine Combination beider Fälle, wodurch die Einhaltung richtiger Verhältnisse erschwert wird.

Entweder muss man den Körper ganz in Dampfform in die Bombe einführen, so dass er sich wirklich vorher mit dem Sauerstoff vermischt, oder man muss die Substanz in einem geschlossenen Gefässe in die Bombe einführen, wodurch dann die Verbrennung nur auf einen Punkt beschränkt wird.

Berthelot empfiehlt, kleine Gefässchen zu verwenden, deren Boden aus einem Platinschälchen besteht, während die Wände aus einem dünnen Häutchen von Collodium bestehen. Der enge Hals dieser Gefässchen wird mit einem Faden Schiessbaumwolle verschlossen.¹⁾

Ueber die Elementaranalyse des Acetylfluorids hat M. Meslans²⁾ gelegentlich seiner Studien über diesen Körper eingehende Mittheilungen gemacht.

Das Acetylfluorid ist ein an der Luft nicht rauchendes Gas, das bei 19,5° flüssig wird. In seinen Eigenschaften und Reactionen gleicht es, wie zu erwarten war, dem Acetylchlorid. In Bezug auf die Beschreibung und Angabe der Reactionen müssen wir auf das Original verweisen.

Die Zersetzung des Acetylfluorids mit Wasser in Essigsäure und Fluorwasserstoffsäure gemäss der Gleichung

kann zur quantitativen Bestimmung desselben dienen. Zu diesem Behuf werden 0,5 bis 0,7 g des flüssigen Acetylfluorids rasch in einem verschliessbaren Gefäss mit einer bekannten Menge titrirter Lauge zusammengebracht. Nach einiger Zeit geht die Umwandlung vor sich und durch Zurücktitriren der überschüssigen Lauge erfährt man die Menge des vorhandenen Acetylfluorids.

1) Selbstverständlich muss sowohl bei Bestimmungen der Verbrennungswärme, als auch bei Elementaranalysen in entsprechender Weise eine Correctur für die bei der Verbrennung des Gefässchens auftretende Wärmemenge, respective für die entstehenden Verbrennungsproducte, angebracht werden.

2) Comptes rendus **114**, 1069.

Die elementaranalytische Bestimmung des Kohlenstoffs und Wasserstoffs in dem Acetylfluorid bewirkt Meslans auf folgende Weise: Er benutzt wie Moissan¹⁾ zur Verbrennung ein Metallrohr, das mit einem Gemisch von Kupferoxyd und Bleioxyd beschickt ist. Der grossen Flüchtigkeit des Acetylfluorids wegen wendet der Verfasser eine Modification an, ähnlich denjenigen, wie sie schon von Kassner,²⁾ respective von Zulkowsky und Lépez³⁾, für die Verbrennung leicht flüchtiger Substanzen empfohlen worden sind.

Ein etwa 20 cm langes Glasrohr ist mittelst eines Korkstopfens mit dem Metallrohr verbunden. Durch dieses Glasrohr tritt auch der zur Verbrennung nöthige Sauerstoff-, respective Luftstrom, welcher vermittelt eines in der Glasröhre vorhandenen Glashahnes regulirt wird, ein. An das Glasrohr ist seitlich eine zweite Glasröhre angeschmolzen, die durch einen Gummischlauch, durch welchen ein Glasstab geht, geschlossen ist. Nachdem, wie üblich, die Absorptionsapparate für Wasser und Kohlensäure angebracht sind, führt man die in einem zugeschmolzenen Glaskügelchen befindliche Substanz (0,5—0,7 g) in der Weise in das Glasrohr ein, dass das zugeschmolzene Ende dem Seitenrohr gegenüber liegt. Nachdem der Inhalt des Metallrohres zum Glühen erhitzt ist, bricht man mittelst des in dem Seitenrohr befindlichen Glasstabes die Spitze des Glaskügelchens ab und vollzieht unter Anwendung eines mässig wirkenden Aspirators die Verbrennung in der üblichen Weise.

Die so erhaltenen Analysenbefunde stimmen ziemlich gut mit den theoretisch verlangten Zahlen überein.

Zur quantitativen Bestimmung des Fluors in dem Acetylfluorid bringt der Verfasser 0,4—0,5 g des in einem Glaskügelchen oder tarirten Gefässe abgewogenen flüssigen Präparates mit einer wässrigen Lösung von essigsaurem Kalk in einer mit eingeschlifften Glasstopfen versehenen Flasche zusammen und schüttelt gut um. Das Acetylfluorid zersetzt sich unter Bildung von gelatinösem Fluorcalcium. Man spült den Inhalt der Flasche in eine Platinschale, dampft zur Trockne ein und glüht, um das Fluorcalcium leichter auswaschbar zu machen. Man säuert mit Essigsäure an und dampft auf dem Wasserbade wiederum zur Trockne, bis aller Geruch nach Essigsäure verschwunden ist.

¹⁾ Vergl. diese Zeitschrift **31**, 334.

²⁾ Diese Zeitschrift **26**, 588.

³⁾ Vergl. diese Zeitschrift **24**, 605.

Hierauf nimmt man mit heissem Wasser auf und filtrirt das unlösliche Fluorcalcium ab. Nach dem Trocknen und Glühen wird das letztere gewogen und hieraus der Fluorgehalt des Acetylfluorids berechnet.

Die Bestimmung des Fluors nach dieser Methode ergab Zahlen, die relativ gut mit den nach der Theorie erforderlichen übereinstimmen.

Zur Bestimmung des Schwefels in organischen Substanzen. A. Angelli¹⁾ macht darauf aufmerksam, dass manche organische Körper beim Erhitzen mit Salpetersäure im zugeschmolzenen Rohre, wie es bei der Carius'schen Methode der Schwefelbestimmung²⁾ vorgenommen wird, nur sehr schwierig zersetzt werden.

Der Verfasser hat beobachtet, dass in vielen Fällen ein Zusatz von Brom die Oxydation wesentlich beschleunigt, respective vervollständigt.

b. Bestimmung näherer Bestandtheile.

Eine Methode zur Bestimmung organischer Substanzen durch Oxydation mit chromsaurem Kali und Schwefelsäure hat H. Heidenhain angegeben.³⁾

Während alle auf ähnlichen Oxydationsvorgängen beruhenden Methoden entweder eine vollständige Verbrennung zu Kohlensäure und Wasser oder die Bildung bestimmter Oxydationsproducte, z. B. Oxalsäure, zur Grundlage haben, verfährt Heidenhain in allen Fällen gleichartig, indem er beobachtet hat, dass unter Einhaltung gleicher Bedingungen, auch wenn die Oxydation unvollständig ist, von einer bestimmten Menge Substanz stets gleichviel Chromsäure verbraucht wird und man demnach durch Bestimmung des noch vorhandenen Chromsäureüberschusses einen Schluss auf die Menge der Substanz ziehen kann.

Das Verhältniss zwischen Substanzmenge und Chromsäureverbrauch muss für jede einzelne Substanz empirisch festgestellt werden. Es müssten dann für die einzelnen Körper Tabellen aufgestellt werden, analog wie dies z. B. bei der Allihn'schen Bestimmung des Traubenzuckers mit Fehling'scher Lösung der Fall ist.

1) Gazzetta chimica **21**, II, 163; durch Journal of the chemical society **62**, 382.

2) Vergl. diese Zeitschrift **10**, 103, sowie auch diese Zeitschrift **4**, 451 resp. 456.

3) Der Techniker **14**, 66; vom Verfasser eingesandt.