

ausser Acht gelassen hat. Sollte nun der Methoxylgehalt des Pyroguajacins in Zukunft sich als eine absolut sichere Thatsache ergeben, so würde damit ein grosser Theil der Versuche Wieser's als nicht einwurfsfrei a priori wegfallen. So z. B. hat er die Acetylverbindung mit Acetylchlorid, die Benzoylverbindung mittels Benzoylchlorid unter deutlicher Entwicklung von Salzsäure dargestellt.

Die Trennung der Bestandtheile des Harzes mittels Benzol haben wir ebenfalls versucht, doch schien sie uns nicht scharf genug, um ihr einen besonderen Vorzug vor der alten Methode einräumen zu können, was übrigens auch Doebner nicht gethan hat. In wie weit es Doebner und Luecker gelungen ist, auf diesem Wege zu chemischen Individuen zu gelangen, können wir aus der Abhandlung nicht ersehen. Uebrigens glauben wir, dass uns, von der Guajakharzsäure abgesehen, bisher eigentlich jedes untrügliche exacte Kriterium für die Reinheit und die Individualität der anderen Verbindungen ganz abgeht. Wir wollen auch in Folge dessen auf diese Körper vorläufig hier noch gar nicht eingehen und hoffen darüber in einiger Zeit ausführlich in den Monatsheften für Chemie berichten zu können.

Wien, I. Chemisches Universitäts-Laboratorium.

68. N. Zuntz und J. Frentzel: Die Elementaranalyse nach gasanalytischer Methode mit Hilfe der Berthelot'schen Bombe.

[Aus dem thierphysiologischen Institut der kgl. landw. Hochschule zu Berlin]
(Vorgetragen in der Sitzung von Hrn. N. Zuntz).

Die Mittheilung von W. Hempel über »Elementaranalyse unter Druck in der Antoclave« in No. 2 dieser Verhandlungen veranlasst uns über unsere bisherigen Bemühungen auf diesem Gebiete, welche seit dem Sommer 1895 datiren, kurz zu berichten. Die naheliegende Idee, mit der calorimetrischen Untersuchung einer Substanz eine quantitative Bestimmung der aus der Verbrennung resultirenden Gase zu verbinden, wurde schon von Berthelot selbst¹⁾ ausgesprochen, und zugleich gezeigt, wie man die Kohlensäure zur Wägung in Kalilauge oder Natronkalk aufzufangen habe.

Uns schien die besondere Bedeutung der Verbrennung in der Bombe darin zu liegen, dass sie eine directe Messung des Sauerstoffverbrauchs, deren Wichtigkeit, namentlich bei der Analyse unbekannter Verbindungen, hier nicht weiter auseinandergesetzt zu werden braucht,

¹⁾ Ann. de chim. et d. phys. VI, 26, S. 555.

möglich erscheinen liess. — Dazu war nur nöthig, dass man die absolute Menge des vor und nach der Verbrennung in der Bombe enthaltenen Gases und dessen procentische Zusammensetzung bestimmte.

Das Anfangsgas haben wir in der Regel so ermittelt, dass die Bombe nach Einbringen der zu verbrennenden Substanz und dann wieder nach Einlass des Sauerstoffs aus einer Elkan'schen Bombe gewogen wurde. Es stand uns hierzu eine Wage zu Gebote, welche bei der Belastung von ca 2.5 kg mit 0.01 g noch einen deutlichen Ausschlag gab. Da im Ganzen 8 bis 10 g Sauerstoff zur Verwendung kommen, wird derselbe auf $\frac{1}{1000}$ genau bestimmt. Die procentische Zusammensetzung des Inhalts der Elkan'schen Bombe ist durch eine grössere Anzahl von Analysen ermittelt und ändert sich nicht, wenn dieselbe Bombe Monate lang benutzt wird. Das Anfangsgas besteht aus der gewogenen Menge dieses Gasgemisches plus dem leicht zu berechnenden Quantum Sauerstoff, Stickstoff und Kohlensäure, welches der Luftraum der Berthelot'schen Bombe bei der im Momente ihres Verschlusses abgelesenen Temperatur und dem eben herrschenden Luftdruck enthält.

Das Gewicht des Endgases ist gleich dem des Anfangsgases plus dem Gewicht der Substanz nach Abzug ihrer Asche, des gebildeten Wassers, der gebildeten Salpetersäure und etwaiger anderer Säuren und der kleinen Sauerstoffmenge, welche der zur Zündung benutzte Eisendraht absorbiert.

Mit dem Ergebniss der Wägung stimmte in einer Anzahl Controllversuche sehr gut das der Messung des Gases, wenn man dasselbe in nicht zu raschem Strome durch einen genau geaichten Elster'schen Gasmesser gehen liess. In die Leitung, welche von der Berthelot-Bombe zum Gasmesser führt, ist ein Zweiweghahn eingeschaltet, durch welchen ein Theil des Gases in Eudiometer geleitet wird, um in diesen gemessen und analysirt zu werden.

Die Analyse machten wir anfänglich regelmässig in wenigstens 2 Eudiometern mit Hülfe der von Geppert modificirten Bunsen'schen Methoden. Unsere Apparate gestatten in 10 Eudiometern gleichzeitig zu analysiren; es konnten so, in 6—7 Stunden, einschliesslich der Berechnungen, die Gase von 5 Elementaranalysen an 2 aufeinanderfolgenden Vormittagen analysirt werden.

Noch etwas rascher, aber auch etwas weniger genau, gestaltet sich die Gasanalyse nach der von Zuntz zu Respirationsversuchen eingeführten Modification der Hempel'schen Gasanalyse über Wasser. Diese von Magnus-Levy¹⁾ beschriebene Einrichtung musste nur entsprechend dem grossen Sauerstoffgehalte des hier zu analysirenden Gases dahin abgeändert werden, dass an Stelle des Phosphors

¹⁾ Magnus-Levy, Pflügers Archiv 55, S. 1.

metallisches Kupfer in Ammoniakflüssigkeit zur Verwendung kam, und dass die Messröhren für den Stickstoffrest kleinere Dimensionen erhielten. — Wenn die Röhren sauber sind, und die Vorschrift innegehalten wird, das Wasser aus den Büretten durch Verengung des Communicationsschlauchs mit einer Schraubeklemme so langsam abzulassen, dass zum Auslaufen von 100 ccm 3 bis 4 Minuten erforderlich sind, so findet fast gar kein nachträgliches Zusammenfließen statt, und die Ablesung der Gasvolumina ist nicht viel weniger genau als über Quecksilber.

Eine Verkleinerung der Bombe, wie sie Hempel jetzt eingeführt hat, ist für unsere Zwecke (Futter-, Koth- und ähnliche Analysen) nicht zweckmässig. Bei der Schwierigkeit, von solchen Materialien genaue Durchschnittsproben zu erlangen, liegt gerade in der Verwendung grösserer Substanzmengen ein wesentlicher Vortheil für die Analyse; ausserdem ist für Stoffwechselversuche in der Mehrzahl der Fälle die gleichzeitige Ausführung der calorimetrischen Bestimmung und der Elementaranalyse wünschenswerth. Während unsere bisherigen Versuche für die Kohlensäure und den Sauerstoffverbrauch befriedigende Zahlen liefern, lässt die Bestimmung des Stickstoffs noch sehr viel zu wünschen übrig. — Wenn dies auch bei der grossen Handlichkeit und Genauigkeit der Kjeldahl'schen Methode von geringerer Bedeutung ist, werden wir uns doch weiter bemühen, auch für den Stickstoff genauere Zahlen zu erlangen.

69. Victor Kaufmann: Ueber ein Analogon des Indigos in der Indenreihe: Diphtalyläthen.

[Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 18. Februar.)

Betrachtungen theoretischer Natur über die Ursache der Farbe organischer Körper machten es mir wünschenswerth, die Eigenschaften eines Analogons des Indigos kennen zu lernen, in dem die Imidgruppen desselben durch Carbonylgruppen ersetzt sind. Als Ausgangsmaterial zur Synthese diente das Diketohydrinden (Indandion).

$C_6H_4 \left\langle \begin{smallmatrix} CO \\ CO \end{smallmatrix} \right\rangle CH_2$. Nach dem Vorgang der Synthese des Diacetylbernsteinsäureesters sollte zunächst das dem Indigweiss entsprechende Product gewonnen werden, durch Einwirkung von Jod auf das Natriumsalz des Diketohydrindens in ätherischer Suspension:

