über Schwefelsäure aufbewahrt. Für die Bestimmung wird das 10fache Gewicht des auszutreibenden Kohlendioxyds, resp. das 4fache des Stickstoffpentoxyds, an Natriumparawolframat zur abgewogenen Substanz in einen Platintiegel gebracht und nach vorsichtigem Umrühren des Ganzen gewogen. Hierauf wird der Tiegel mit einem Bunsenbrenner gelinde erhitzt und dann 5 Minuten lang im Schmelzen gehalten. Nach dem Erkalten und Wägen überzeugt man sich durch nochmaliges Schmelzen von der vollständigen Austreibung der Kohlensäure, bezw. des Stickstoffpentoxyds.

Die dargelegten Versuche lassen eine äusserst gute Übereinstimmung der Befunde sowohl bei der Bestimmung der Kohlensäure als auch bei der des Stickstoffpentoxyds erkennen. Brzeziner.

Für die Bestimmung von Wasser und Kohlensäure in Mineralien und Gesteinen empfehlen M. Dittrich und W. Eitel¹⁾ die Benutzung des elektrischen Widerstandsofens von Heraeus in Hanau, da es sich erwiesen hat, dass die Verwendung anderer Heizquellen unstimmige Ergebnisse gezeitigt haben. Infolge seiner vielfachen Vorzüge hat sich besagter Ofen in vielen Laboratorien — hauptsächlich als Verbrennungsofen für Kohlenstoffbestimmungen — rasch eingebürgert. Als Hauptvorteil kann wohl die gleichmäßige und kontrollierbare Erhitzung der Substanz gelten, die jederzeit beliebig geändert werden kann. Nach Angaben der Verf. lassen sich bei Temperaturen bis etwa 1000° noch gut Quarzglasröhren verwenden²⁾, darüber hinaus nehmen diese aber ein Platin-Iridium-Rohr, an dessen weites Ende ein Nickelrohr angeschweisst ist. Auch das Material der Schiffchen muss der jeweiligen Temperatur angepasst werden. Die Temperaturmessung geschieht mittels eines Thermoelements nebst Galvanometer, doch hat man es nach mehrmaligem Gebrauch in der Hand, ohne diesen Apparat auszukommen, indem man sich auf dem Widerstand Zeichen anbringt, die ungefähr die Höhe der Temperatur bei einer bestimmten Ausschaltung des Widerstandes angeben³⁾.

Die Anordnung des Apparates geschieht in bekannter Weise. Aus dem mit konz. Schwefelsäure gefüllten Gasometer tritt die Luft in eine Schwefelsäurewaschflasche, sodann in zwei mit Glaswolle und Schwefelsäure gefüllte U-Röhre. Das darauf folgende Verbrennungsrohr hat eine Länge von 40 cm, liegt in dem Verbrennungsofen und dient zur Aufnahme des Schiffchens mit der Substanz. Bei schwefelhaltigen Mineralien wird am Ende der Röhre eine engmaschige Spirale eines

¹⁾ Ztschrift. f. anorg. Chem. 77, 3/4, 365 (1912). — ²⁾ Nach Erfahrungen des Referenten haben Porzellanröhren bis zu Temperaturen von 1200° sehr gut standgehalten. — ³⁾ Nach Erfahrung des Referenten ist es sogar angebracht, nach Einstellung, resp. Kenntlichmachung des Widerstandes auf die gewünschte Temperatur ohne Thermolement zu arbeiten. Erstens verursacht die Durchführung der Platindrähte durch den Gummistopfen nach längerem Gebrauch eine Undichtigkeit, zweitens wird die Lötstelle des Thermolements leicht durch umhersprühende Substanzteilchen beschädigt. Besonders letzter Umstand hat den Referenten schon früher veranlasst, das Thermolement wegzulassen.

Silberdrahtnetzes eingeschoben, die nicht zu hoch erhitzt werden darf. Dem zu einer Spitze ausgezogenen Ende des Rohres sind angereiht ein Absorptionsrohr für die Wasseraufnahme, mit Schwefelsäure-Bimsstein, dem eines mit Natronkalk für die Kohlensäureaufnahme und schliesslich ein Chlorkalziumschutzrohr folgt. Als Ersatz für die Silberspirale kann auch ein Gemisch von Bleioxyd und Bleisuperoxyd dienen.

Zunächst wird das Rohr durch schwaches Erwärmen und Durchleiten getrockneter Luft vorbereitet. Ist dasselbe fast erkaltet, so schiebt man das Schiffchen mit der Substanz ein und beginnt mit dem Glühen. Durch allmähliches Ausschalten des Widerstandes bringt man die Temperatur bis fast auf 1300°C , wobei selbst von schwerst zersetzlichen Mineralien der gesamte Gehalt an Kohlensäure und Wasser abgegeben wird. Bei diesem schrittweisen Erhöhen der Temperatur hat man es auch in der Hand, die Zersetzungstemperatur von Mineralien zu bestimmen.

Die Anwendung des Widerstandsofens von Heraeus bedeutet infolge der glatten und gleichmäßigen Erreichung hoher Temperaturen, verbunden mit der einfachen Handhabung desselben einen wesentlichen Fortschritt gegenüber den bisherigen Heizquellen zur Bestimmung von Kohlensäure und Wasser.

Brzeziner.

III. Chemische Analyse organischer Körper.

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Asphalt. Die Bestimmung von mineralischen Beimengungen in Asphaltblöcken lässt sich durch Extraktion mit Schwefelkohlenstoff bewirken. C. C. O'Loughlin¹⁾ hat vergleichende Studien über die Durchführung dieses Prinzips nach der Filtrations- und nach der Zentrifugalmethode veröffentlicht.

Bei der Filtrationsmethode werden 10 g Asphalt auf einem Schleicher- und Schüllschen Filter von 9 cm Durchmesser mit Schwefelkohlenstoff durchtränkt, etwas stehen gelassen und dann das Gelöste mit wenig Schwefelkohlenstoff ausgewaschen. Man wiederholt diese Operation, bis nichts mehr in Lösung geht. Nach zweimaligem Nachwaschen mit Petroleumäther wird getrocknet, das Ungelöste vom Filter in ein Bechergläschen gegeben, das Filter verascht, die Asche dem Rückstand beigefügt, und das Ganze bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.

Die Zentrifugalmethode wird in der Weise ausgeführt, dass man 50 g Asphalt mit 50 ccm Schwefelkohlenstoff in einer Dulinschen Rotarexzentrifuge auszentrifugiert, die Extraktion mit 50—25 ccm des

¹⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. **5**, 320 (1913); durch Chem. Zentrbl. **84**, I, 1937 (1913).