

untersuchende Luft in eine 100 *ccm* fassende graduierte Bürette bringen, die an beiden Enden durch Glashähne verschliessbar ist. Der Inhalt der Bürette wird mit 96-prozentigem Alkohol in Berührung gebracht; die Volumverminderung, die der Büetteninhalt nach wiederhergestelltem Atmosphärendruck zeigt, entspricht der Menge des absorbierten Narkotikums. Mengen unter 0,4 % lassen sich derart nur schwer bestimmen.

Wasserbestimmung in den bei der Destillation von Brennstoffen auftretenden flüchtigen Produkten. Das bei der trockenen Destillation von Brennstoffen auftretende Wasser setzt sich zusammen aus der Feuchtigkeit der Brennstoffe und aus dem Reaktionswasser, das sich erst bei höherer Temperatur auf Grund chemischer Reaktionen bildet. Ein Verfahren zur direkten Bestimmung des bei Destillationsversuchen auftretenden Wassers arbeitete G. Lambris¹⁾ aus. Von den üblichen, zur Wasserbestimmung benutzten Absorptionsmitteln sind konzentrierte Schwefelsäure, entwässertes Kupfersulfat, Natriumsulfat und Kalziumchlorid ungeeignet. Das einzige Trockenmittel, das allen Anforderungen gerecht wird, ist Phosphorpentoxyd. Es ist bis 250 °, bei welcher Temperatur es zu sublimieren beginnt, beständig, und sein Reaktionsprodukt mit Wasser, die Metaphosphorsäure, ist erst bei Rotglut flüchtig.

Von den Stoffen, die bei der trockenen Destillation von Brennstoffen neben Wasser entstehen, sind Benzol-, Toluol-, Xylol-, Naphtalindampf, Schwefeldioxyd, Cyanwasserstoff, Cyangas und Leuchtgas ohne störenden Einfluss auf die Wasserbestimmung mittels Phosphorpentoxyds. Leitet man diese Stoffe durch ein Phosphorpentoxydrohr und erhitzt dasselbe alsdann im trockenen Stickstoffstrom auf 150 °, so erweist sich sein Gewicht als unverändert. Schwefelwasserstoff ist zwar nicht ganz ohne Einfluss, doch kann derselbe noch praktisch vernachlässigt werden. Anders ist es mit Ammoniak, Pyridin und Phenol; diese werden quantitativ vom Phosphorpentoxyd zurückgehalten. Das Ammoniak bildet hierbei Pyrophosphorsäurediamid und vielleicht auch noch andere Verbindungen²⁾; über die Reaktion des Pyridins ist nichts näheres bekannt; Phenol geht in Phosphorsäurephenylester über³⁾.

1) Zeitschrift f. anorganische Chemie **81**, 24 (1913).

2) Vergl. H. Schiff, Liebig's Annalen der Chemie **103**, 168 (1857); A. Mente, Liebig's Annalen der Chemie **248**, 245 (1888); H. Biltz, Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **27**, 1257 (1894).

3) Vergl. Rembold, Zeitschrift f. Chemie **2**, 651 (1866).

Die Wasserbestimmung gestaltet sich nach diesen Ergebnissen derart, dass man die Produkte der trockenen Destillation durch ein gewogenes, mit Phosphorpentoxyd beschicktes U-Rohr leitet, dieses alsdann im trockenen Stickstoffstrom auf 150° erhitzt und schliesslich seine Gewichtszunahme feststellt. Diese entspricht den aufgenommenen Mengen an Wasser, Ammoniak, Pyridin und Phenol. Bestimmt man nunmehr die drei letztgenannten Stoffe, so ergibt sich durch Abziehen der gefundenen Mengen von der gesamten Gewichtszunahme der Wassergehalt.

Hierzu zertrümmert man das gewogene Pentoxydrohr und lässt seinen Inhalt an der Luft zerfliessen; dann nimmt man mit Wasser auf und filtriert zweimal durch ein Hartfilter. Darauf erfolgt zunächst eine Destillation der stark alkalisch gemachten Lösung in vorgelegte $\frac{1}{10}$ -Normal-Schwefelsäure und dann, nach Zugabe eines Überschusses von Schwefelsäure zu dem Destillationsrückstand, eine zweite Destillation. Im ersten Destillat wird Ammoniak und Pyridin nach dem von Lambris beschriebenen Verfahren¹⁾ ermittelt, im zweiten Destillat das Phenol nach Koppeschaar²⁾ bestimmt.

Das angegebene Verfahren wurde von O. Rau und G. Lambris³⁾ gelegentlich einer technischen Untersuchung über die Wasserbildung bei der trockenen Destillation der Brennstoffe erfolgreich benutzt.

Die Bestimmung der freien Magnesia im Portlandzement gründet B. Grünwald⁴⁾ auf die Auslaugung desselben mit kohlendioxydhaltigem Wasser unter hohem Druck. 0,5 g Zement werden im Achatmörser mit 10 ccm Wasser fein verrieben und dann mit weiteren 90 ccm Wasser in die mit Gold und Platin ausgekleidete Kalorimeterbombe von Atwater gespült. Darauf wird die Bombe unter einem Druck von 25 bis 28 Atmosphären mit Kohlendioxyd geladen und in dicht verschlossenem Zustande 6 Stunden mittels eines Apparates geschüttelt. Nach Ablauf dieser Zeit wird sie rasch geöffnet und der Inhalt sofort durch ein Faltenfilter filtriert. 50 ccm des Filtrates werden ohne Verzug mit $\frac{1}{10}$ -Normal-Salzsäure und Methylorange titriert. Darauf wird in der austitrierten Lösung der Gehalt an Kalziumion gewichtsanalytisch bestimmt. Die Differenz des letzteren Wertes gegen das

1) Vergl. diese Zeitschrift **53**, 137 (1914).

2) Diese Zeitschrift **15**, 243 (1876).

3) Journal für Gasbeleuchtung und Wasserversorgung **56**, 533, 557, 589 (1913).

4) Chemiker-Zeitung **37**, 885 1913