

Bergius u. Krassa, Ztschr. Elektrochem. 15, 712 [1909].  
 Bull. d. S. E. V., 7/8 [1918], 10/11 [1920], 11 [1922]. — Denkschrift d. A.-G. f. Kohleverwertung, Essen 1926.  
 Gasfernversorgung v. den Kohlegewinnungsstätten aus. Denkschrift d. Dtsch. Ver. v. Gas- u. Wasserfachm. e. V., Berlin 1927.  
 Haber, Journ. f. Gasbel. 49, 637 [1906].  
 Haber u. Goldschmidt, Ztschr. Elektrochem. 49, 12 [1906].

Haber u. Liese, ebenda, 46, 829 [1906].  
 Herzog u. Feldmann, Die Berechnung elektrischer Leitungsnetze, Berlin 1927.  
 Kröhnke, Metallurgie 7, 674 [1910].  
 Kröhnke, Beck, Maas, Die Korrosion, 1. Bd., Hirzel, Leipzig 1928.  
 Michalke, Die vagabundierenden Ströme elektrischer Bahnen, Braunschweig 1904.  
 Vorschr. z. Schutz der Gas- u. Wasserrohre gegen Erdströme elektr. Bahnen. München 1910/11.

### Analytisch-technische Untersuchungen.

## Über eine Methode zur Bestimmung des Wassers in Kalksalpeter.

Von R. LUCAS.

Analytisches Laboratorium des Oppauer Werkes der I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rh.

(Eingeg. 28. November 1928.)

Handelt es sich darum, den Wassergehalt eines Düngesalzes festzustellen, so kommen im allgemeinen zwei Verfahren in Frage: man trocknet das Salz entweder bei erhöhter Temperatur ( $105^\circ$ ) im elektrischen Trockenschrank, oder aber bei Zimmertemperatur im Vakuumexsikkator über Schwefelsäure bis zur Gewichtskonstanz und ermittelt den entstandenen Gewichtsverlust. Beide Verfahren kommen zur Ermittlung des Wassergehaltes von Kalksalpeter praktisch nicht in Betracht; einerseits schmilzt der wasserhaltige Kalksalpeter unter  $100^\circ$  und bildet dann eine sirupöse Masse, die das vorhandene Wasser nur sehr schwer abgibt, andererseits gibt der außerordentlich hygrokopische Kalksalpeter, über Schwefelsäure im Vakuum aufbewahrt, sein Wasser derart langsam ab, daß mehrere Wochen vergehen, bis Gewichtskonstanz eintritt.

Wir sahen uns deshalb nach anderen Methoden um und fanden in dem von Markussen zur Ermittlung des Wassergehaltes von Ölen ausgearbeiteten und seit langem bewährten Verfahren (Destillation mit Xylol und Bestimmung des abgeschiedenen Wassers) eine geeignete Methode, um den Wassergehalt von Kalksalpeter relativ rasch — in etwa sechs Stunden — zu ermitteln.

Die Extraktion erfolgt automatisch, wenn man einen etwas modifizierten Soxhletapparat, etwa einen „Aufhäuser-Apparat“<sup>1)</sup> verwendet, an dessen graduierten Skala die abgeschiedene Wassermenge direkt abgelesen werden kann. Dabei ist es praktisch, einen Apparat zu verwenden, an dem sich weder Kork noch Gummiverbindungen, sondern nur Glasschliffe befinden.

Die Arbeitsweise ist die folgende:

20 g Kalksalpeter werden möglichst rasch abgewogen, dann in das kurzhalsige Kölbcchen von 250 ccm Inhalt des Apparates gegeben, sofort mit etwa 200 ccm frisch destilliertem Xylol übergossen und zur Destillation an den Aufsatz angeschlossen. Das aus dem erhitzen Kolben aufsteigende Dampfgemisch von Xylol und Wasser wird im Kühler kondensiert, fällt tropfbart flüssig herab und scheidet sich nun sofort in Xylol und Wasser, welch letzteres sich in dem als Meßglas ausgebildeten Teil des Apparates sammelt. Nach etwa sechs Stunden ist in der Regel das gesamte Wasser überdestilliert. Zur Kontrolle erhitzt man noch eine weitere Stunde, läßt abkühlen und liest ab. Das Verfahren ist so auf mindestens 0,5% genau, wie aus den nachstehenden Beleganalysen an reinen Salzen hervorgeht (siehe folgende Tabelle):

Das bei der Destillation mit technischem Kalksalpeter erhaltene Wasser wurde auf seine Reinheit hin untersucht. Es destillierte konstant bei  $100^\circ$  über und

	Gefundener Wassergehalt				Berechneter Wasser- gehalt in %	
	I	II	III	IV		
CaCl <sub>2</sub> · 6 H <sub>2</sub> O:	50,0	49,8	49,2	50,2	49,8	49,4
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> · 10 H <sub>2</sub> O:	56,0	56,0	56,0	56,0	56,0	55,9
Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> · 4 H <sub>2</sub> O: (2mal umkristalli- siert u. über H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1:1 getrocknet)	30,5	30,5	31,0	31,0	30,9	30,5

hinterließ im Destillationskölbchen Ammoniumnitrat, dessen Menge in mehreren Proben zu etwa 2% ermittelt wurde. Außerdem war freie Salpetersäure anwesend.

Durch Anwendung gewisser Korrekturen läßt sich eine noch größere Genauigkeit erzielen<sup>2)</sup>.

Da technischer Kalksalpeter sich aus Calciumnitrat, Ammoniumnitrat und Wasser zusammensetzt und nennenswerte Verunreinigungen nicht enthält, so kann man den nach der Xylolmethode gefundenen Wassergehalt kontrollieren, indem man außer dem Gesamtstickstoffgehalt noch den Ammoniakstickstoffgehalt der Probe ermittelt. Die Gehalte an Calciumnitrat, Ammoniumnitrat und Wasser müssen sich dann zu 100 ergänzen. Daß dies weitgehend der Fall ist, zeigen die nachstehend an verschiedenen Kalksalpeterproben ausgeführten Analysen:

	Probe I			Probe II			Probe III		
	Gesamt-N	NH <sub>3</sub> -N	H <sub>2</sub> O	Gesamt-N	NH <sub>3</sub> -N	H <sub>2</sub> O	Gesamt-N	NH <sub>3</sub> -N	H <sub>2</sub> O
I. Befund	15,65	0,77	14,0	15,72	0,84	13,0	15,81	0,96	13,3
II. Befund	15,65	0,81	14,0	15,68	0,91	13,5			
III. Befund	15,61	0,77	12,5	15,72	0,88	13,0			
IV. Befund	15,68	0,74	12,5	15,72	0,88	13,3			
Mittel . . .	15,65	0,77	13,25	15,71	0,88	13,3			

Daraus ergibt sich folgende Zusammensetzung der Kalksalpeter:

Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> . . .	82,6 %	81,7 %	81,3 %
NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub> . . .	4,4 %	5,0 %	5,5 %
H <sub>2</sub> O . . .	13,2 %	13,3 %	13,3 %

Summe . . . 100,2 % 100,0 % 100,3 %

Die Methode hat den großen Vorteil, daß sie sich sehr gut zu Serienanalysen eignet. Sie hat sich in den drei Jahren, in denen sie täglich zur Anwendung kam, in tausenden Fällen bewährt. Sie eignet sich nicht nur für die Wasserbestimmung in Kalksalpeter, sondern auch für die Bestimmung des Wassers in ammoniakkaltigen Kalkmischungen mit größerem Wassergehalt, bei denen ein Erhitzen der Probe und Bestimmen des Wassers durch Gewichtsdifferenz wegen des Ammoniakabspaltens nicht möglich ist. [A. 217.]

<sup>1)</sup> Schlüppfer, Ztschr. angew. Chem. 27, 52 [1914]. Normann, ebenda 38, 380 [1925].

<sup>2)</sup> Lieferant: E. Ditmar u. Vierth, Hamburg 15.