von Methylmagnesiumjodid in *n*-Butyläther durch den Stopfen *c* in das Reaktionsgefäß. Versuche mit α -Naphthol ergaben 98% der theoretischen CH_4 -Menge. Nach der Bestimmung ist der Apparat leicht wieder zu reinigen, indem man den Neoprenstopfen entfernt und Reaktionsgefäß und Injektionsspritze nacheinander mit verdünnter Salzsäure, Äthanol und Aceton ausspült. Der Apparat kann mit geringen Änderungen auch für Versuche über die katalytische Hydrierung und Dehydrierung dienen.

A. KURTENACKER.

Abb. 1. Apparat zur Gasmessung und -sammlung nach ORCHIN und WENDER. *a* Magnetischer Rührer; *b* Reaktionsgefäß; *c* Neoprenstopfen; *d* Bürette; *e* Kühlfalle; *f* Sammelgefäß.

Die Bestimmung von Deuterium in Wasser kann nach M. ORCHIN, I. WENDER und R. A. FRIEDEL¹ so gestaltet werden, daß man das zu untersuchende Wasser mit überschüssigem GRIGNARD-Reagens gemäß der Gleichung

zersetzt und den Gehalt des hierbei gebildeten Methans an Methyldeuterid CH_3D massenspektrometrisch bestimmt. Die vollständige Zersetzung des Wassers ist nicht nötig. Die bei dem Verfahren anzuwendende Apparatur und Technik wurde schon früher von M. ORCHIN und I. WENDER² beschrieben. Die angeführten Beleganalysen zeigen für 1,37, 2,73, 4,71 und 14,53 Mol% D in der angewandten Analysensubstanz die massenspektrometrisch bestimmten Werte 1,32, 2,70, 4,75 und 14,63. Die Analysensubstanz bestand aus Gemischen von destilliertem Wasser und 99,87%igem Deuteriumoxyd. Staub, indifferente Verunreinigungen, dann Luft oder Stickstoff haben keinen Einfluß auf die Ergebnisse. Der großen Genauigkeit wegen kann die Methode auch auf kleine Wassermengen (10–20 mg) angewendet werden. Den Deuteriumgehalt von Kohlenwasserstoffen hohen Molekulargewichts bestimmt man, indem man die Kohlenwasserstoffe zu Kohlendioxyd, Wasser und Deuteriumoxyd verbrennt und dieses wie beschrieben ermittelt.

R. LANG.

¹ Analytic. Chemistry **21**, 1072 (1949).

² Siehe oben.