theerartiger Substanzen bei dem wiederholten Erhitzen mit destilliren, welche die Bildung eines zusammenhängenden, gleichförmigen Ringes wesentlich stören, so dass dadurch die erhaltenen Werthe nicht immer verlässlich werden.

Der Einwand etwa, dass der durch eine Fehlerquelle bedingte Verlust von Metallsuren bei einer quantitativen Bestimmung, die nicht auf einer absoluten, sondern auf einer Vergleichsbestimmung beruht, kein Hinderniss der Methode ist, kann wohl hier nicht erhoben werden, da bei den in Betracht kommenden, so ausserordentlich geringen Mengen zwei Fehlerquellen, deren Werthe sich summiren, nicht ohne weiteres ausser Acht gelassen werden können.

Selbst wenn man sich jedoch über diese beiden Fehlerquellen hinwegsetzen wollte, so verbleiben noch immer die bei der Jodidabscheidung nach diesem Verfahren sich ergebenden Mängel, so dass Stukowenkow's Methode in der von Malkes angegebenen Beschreibung höchstens zu einer ganz groben, wenig verlässlichen Schätzung, aber keineswegs zu einer quantitativen Bestimmung des Quecksilbers im Harne dienen kann.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagentien.

Von

W. Schranz.

Jodometrische Untersuchungen hat Gunner Jörgensen¹⁾ angestellt. Dieselben beziehen sich auf die Anwendung des Kaliumjodats zur Titerstellung der Thiosulfatlösungen und zur jodometrischen Säuretitrirung. Der Verfasser fand, dass neben den allgemein angenommenen Reactionen:

und

noch einige Nebenreactionen eintreten.

¹⁾ Oversigt over Vedenskabernes Selskabs Forhandlinger 4, 351; durch Chemiker-Zeitung 21, R. 247.

²⁾ R bedeutet ein (einbasisches) Säureradical.

Der Verfasser hat untersucht, in wie weit die von Kjeldahl¹⁾ vorgeschlagene Methode zur Bestimmung schwacher Säuren verwendet werden kann. Weiterhin fand er, dass die Ammoniakbestimmungen zu niedrig ausfallen.

Bei Versuchen, bei welchen folgende Stoffe auf einander einwirkten: Chlorammonium, Salzsäure, Jodkalium, Kaliumjodat, Thiosulfat und Tetrathionat, ergab sich Folgendes:

In Gegenwart von Chlorammonium oxydirt das Jodat Thiosulfat zu Tetrathionat neben wenig Sulfat, indem die Lösung alkalisch wird; es verschwindet kein Ammoniak. In Gegenwart von Jodkalium wird Thiosulfat zu Sulfat oxydirt, Ammoniak geht auch hier nicht verloren. Auch ohne Chlorammonium findet etwas Sulfatbildung statt, in Gegenwart von Ammoniak findet Oxydation zu Sulfat statt, es entweicht etwas Ammoniak. Freies Jod oxydirt Thiosulfat zu Tetrathionat und Sulfat, in neutraler Lösung bildet sich nur Sulfat, die Lösung wird sauer.

Eine Titration des Ammoniaks (beim Hinstellen mit einem Ueberschuss von Thiosulfat und Zurücktitriren mit Jod) ist nicht möglich, weil sowohl ein Theil der Thioschwefelsäure oxydirt wird, als auch eine Titration der entstandenen ammoniakalischen Lösung einen grösseren Verbrauch an Jod erfordern würde, der Verbrauch von Thiosulfat wird zu gross und das Resultat fällt zu niedrig aus.

Auf die Ergebnisse einiger mit Hülfe jodometrischer Säuretitrirung ausgeführter Versuche über Reaktionsgeschwindigkeit von Säuren, die der Verfasser mittheilt, kann ich nur verweisen.

Zur gasometrischen Bestimmung der Nitrite neben Nitraten und anderen löslichen Salzen, benutzt J. Gailhat²⁾ folgende Reaction:

Der Verfasser verwendet den von Schloesing zur Bestimmung der Nitrate angegebenen Apparat. Der Entwicklungskolben, welcher mit einer aus einem Stück gefertigten, mit Hahn versehenen Gasentwicklungsröhre ausgerüstet ist, wird zu $\frac{2}{3}$ mit einer gesättigten Chlorammoniumlösung gefüllt. Durch Kochen treibt man die Luft aus und bringt in das Trichterrohr 10 cc der Nitratlösung, welche im Liter 5–10 g enthalten darf. Nach

1) Diese Zeitschrift **22**, 377.

2) Journ. Pharm. Chim. 6. Sér. **12**, 9; durch Chemiker-Zeitung **24**, R. 207.