

Der Harnstoff ist in kaltem Wasser schwer, in heissem leichter löslich. In Benzol und Aether löst er ziemlich schwierig, leicht dagegen in Alkohol.

Versetzt man eine siedendheisse, wässrige Lösung des Körpers mit einer auch nur geringen Menge Salzsäure, so fällt unter lebhaftem Aufwallen der Flüssigkeit die in Wasser ganz unlösliche, schon erwähnte Anhydroverbindung als farbloser Niederschlag aus.

Durch Umkrystallisiren aus Alkohol erhält man den Körper in sechsseitigen Prismen vom Schmelzpunkt 191—192°.

Analyse: Ber. für $C_{13}H_{16}N_2S$.

Procente: C 67.24, H 6.89, N 12.06.

Gef. » » 67.35, « 7.04, » 11.97.

Die Verbindung ist ebenso wie der Anhydro-Diacetonthioharnstoff in Alkalien nicht löslich, was gegen das Vorhandensein einer Hydro-sulfürgruppe in den Verbindungen zu sprechen scheint.

50. Oscar Piloty: Quantitative Analysen durch Elektrolyse.

[Aus dem I. Berliner Universitäts-Laboratorium.]

(Eingegangen am 25. Januar.)

Die Methoden zur quantitativen Analyse durch Elektrolyse, welche von A. Classen ausgearbeitet und empfohlen worden sind, erfuhren von verschiedenen Seiten eine abfällige Kritik. Dieser Umstand kann Zweifel darüber aufkommen lassen, ob dieselben für die Praxis und ganz besonders auch für Unterrichtszwecke brauchbar sind. In allerletzter Zeit haben sich Stimmen, wie die der HHrn. H. Nissenson und C. Rüst (Zeitschr. f. analyt. Chem. 22) und des Hrn. Freudenberg (Zeitschr. f. physik. Chem. 12, 97) zu Gunsten der Angaben A. Classen's erhoben.

Um mir ein eigenes Urtheil über diese Angelegenheit zu bilden, habe ich mich an Hrn. Classen selbst gewandt und in dessen Laboratorium die liebenswürdigste Aufnahme und bereitwilligste Hülfe gefunden, wofür ich Hrn. Classen an dieser Stelle meinen verbindlichsten Dank ausspreche.

Die im Folgenden verzeichneten Zahlen sind meine analytischen Resultate, welche ich zum allergrössten Teil nach dem Verfahren A. Classen's, zum Theil nach von ihm empfohlenen oder verbesserten Methoden Anderer enthielt.

Ich theile diese Resultate in der Absicht und Hoffnung mit, etwa noch bestehende Zweifel zerstreuen zu helfen und denen einen Dienst zu thun, welche ein klares Urtheil in dieser Frage sich zu bilden wünschen.

Bestimmung resp. Trennung	Menge der angewandten Substanz und des niedergeschlagenen Metalls	Mein Resultat pCt.	Auf andere Weise erhaltenes Resultat pCt.	Dauer der Analyse
Cu	Kupfersulfat			
	0.9072 gaben 0.2305 g Cu	25.40	25.39	1 $\frac{1}{4}$ Stunde.
	0.968 » 0.246 » »	25.40	»	» »
	1.1321 » 0.2875 » »	25.39	»	1 $\frac{3}{4}$ »
	1.1975 » 0.303 » »	25.31	»	1 $\frac{1}{2}$ »
1.0404 » 0.2644 » »	25.41	»	» »	
Fe	Eisenoxydkaliumoxalat			
	1.2432 gaben 0.1405 g Fe	11.30	11.39	ca. 2 Stunden.
	1.076 » 0.1222 » »	11.35	»	»
	1.3997 » 0.1592 » »	11.37	»	»
	1.1632 » 0.1325 » »	11.39	»	»
	1.1855 » 0.1345 » »	11.35	»	»
1.0423 » 0.1183 » »	11.35	»	»	
Ni	Nickelammoniumsulfat			
	1.3368 gaben 0.202 g Ni	15.11	15.15	ca. 2 Stunden.
1.1251 » 0.1709 » »	15.19	»	»	
Pb	Bleinitrat			
	1.1382 gaben 0.8135 g Pb O ₂	71.47	71.47 ¹⁾	} 3—4 Stunden oder über Nacht.
	1.4817 » 1.0707 » »	72.26	72.24	
	1.1481 » 0.8305 » »	72.33	»	
	0.9587 » 0.6940 » »	72.39	»	
Hg	Quecksilberchlorid			
	0.64 gaben 0.472 g Hg	73.75	73.85	
0.6295 » 0.4634 » »	73.61	»		
Ag	Silbernitrat			
0.4624 gaben 0.2928 g Ag	63.32	63.53	während der Nacht.	
Cd	Cadmiumoxalat			
	0.3345 gaben 0.1493 g Cd	44.63		50—60 Minuten.
	0.3068 » 0.1371 » »	44.69		
	0.3077 » 0.1372 » »	44.59		
	0.2699 » 0.1204 » »	44.6		
Zn	Zinkammoniumsulfat			
	0.5408 gaben 0.0912 g Zn	16.86	16.59	
1.0273 » 0.1695 » »	16.5	»		
Sn	Zinnammoniumchlorid			
	0.7119 gaben 0.2326 g Sn	32.67	32.54	während der Nacht
1.0182 » 0.3313 » »	32.54		oder 4 Stunden.	

1) PbNO₃ war nicht ganz trocken.

Bestimmung resp. Trennung	Menge der angewandten Substanz und des niedergeschlagenen Metalls	Mein Resultat	Auf andere Weise erhaltenes Resultat	Dauer der Analyse
Sb	Antimontrisulfid (verschiedene Präparate G _I G _{II} R _I)			
	G _I 0.3059 gaben 0.222 g Sb	72.57	—	während der Nacht oder ca. 3 Stunden.
	G _{II} 0.574 » 0.4177 » »	72.77		
	» 0.4996 » 0.364 » »	72.85		
	» 0.4257 » 0.3084 » »	72.45		
	» 0.419 » 0.3045 » »	72.67		
	R _I 0.3985 » 0.2898 » »	72.72	72.58	
	» 0.497 » 0.3618 » »	72.8		
	» 0.7231 » 0.5231 » »	72.34		
	G _I 0.7485 » 0.5452 » »	72.83		
	Antimontrioxyd			
	0.7794 gaben 0.6519 » »	83.61	83.54	
Cu von Fe	Kupfersulfat neben je ca. 0.5 g Eisensalz			
	1.0953 gaben 0.2775 g Cu	25.33	25.39	ca. 2 1/2 Stunde.
Cu von Fe, Ni, Co	Kupfersulfat neben ca. 0.5 g Eisen-, Nickel- und Cobaltsalz			
	1.0238 gaben 0.2633 g Cu	25.71	»	ca. 3 Stunden.
	1.0922 » 0.2799 » »	25.63	»	
	0.4973 » 0.1279 » »	25.72	»	
	0.7853 » 0.2024 » »	25.77	»	
Fe von Cr	Eisenammoniumsulfat neben 0.5 g Chromalaun			
	0.5845 gaben 0.0834 g Fe	14.27	14.28	
Fe von Al	Eisenammoniumsulfat neben 0.5 g Alaun			
	0.4961 gaben 0.0721 g Fe	14.53	»	ca. 4 Stunden.
Ni von Cr	Nickelammoniumsulfat neben Cr-Alaun			
	0.6684 gaben 0.1032 g Ni	15.44	15.15	
Pb von Cu	Bleinitrat neben Kupfervitriol			
	0.607 gaben 0.4396 g PbO ₂	72.42	72.24	ca. 5 Stunden.
	0.7262 » 0.528 » »	72.7	»	
	0.7238 » 0.5247 » »	72.49	»	
Sb von Sn	Antimontrisulfid G _{II} neben ca. 0.5 g Sn-Salz			
	0.5442 gaben 0.3957 g Sb	72.71	—	während der Nacht.
	0.5845 » 0.4257 » »	72.83		
	0.642 » 0.4667 » »	72.6		
	0.4537 » 0.3304 » »	72.82		
	0.2972 » 0.2162 » »	72.74		
Sb von As	Antimontrisulfid neben ca. 0.5 g arsensaurem Natrium (G _{II})			
	0.7997 gaben 0.5826 g Sb	72.85	—	während der Nacht.
	0.7642 » 0.5568 » »	72.86		
	0.7969 » 0.5793 » »	72.69		