

hoher Konzentration. Unterschiede: a) Erhebliche Flüchtigkeit des Eka-Iridiums beim Glühen. b) Elektrochemische Abscheidung des Eka-Iridiums aus saurer Lösung auf Platin. c) Keine oder nur sehr geringe Mischkrystallbildung des Eka-Iridiums mit Ammoniumplatinchlorid. d) Teilweise Löslichkeit des Eka-Iridiums bei der Fällung mit Natronlauge.

4) Eka-Platin und Platin.

Ähnlichkeiten: a) Erhebliche Löslichkeit bei der Fällung mit Natronlauge. b) Mischkrystallbildung bei der Fällung des Platins als Ammoniumplatinchlorid. c) Gute Fällbarkeit mit Schwefelwasserstoff nur aus nicht zu starker Salzsäure. Unterschiede: a) Erhebliche Flüchtigkeit des Eka-Platins schon beim schwachen Glühen. b) Elektrochemische Abscheidung des Eka-Platins auf Platin in saurer Lösung.

241. Josef Unterzaucher und Karl Bürger: Über die mikroanalytische Bestimmung des Sauerstoffs in organischen Verbindungen.

[Aus d. Organ.-chem. Institut d. Techn. Hochschule München.]

(Eingegangen am 26. Mai 1937.)

Infolge der Veröffentlichung von J. Lindner und W. Wirth über die maßanalytische Bestimmung des Sauerstoffs in organischen Verbindungen¹⁾ sehen wir uns veranlaßt, in Form einer vorläufigen Mitteilung von der Bearbeitung obengenannten Themas Kenntnis zu geben.

Die Methode hat ebenso wie die von den vorgenannten Verfassern angegebene, die katalytische Hydrierung des Sauerstoffs zu Wasser nach dem Prinzip von H. Ter Meulen mit Nickel als Katalysator zur Grundlage.

Die Hydrierungsapparatur stimmt mit der von J. Lindner und W. Wirth im wesentlichen überein, so daß wir von ihrer eingehenden Beschreibung vorläufig absehen. Als Katalysator dient Nickel-Thoriumoxyd im Verhältnis 10:1, das auf einen inerten Träger aufgeschlämmt ist und im Überschuß den Rohrquerschnitt erfüllt. Das gebildete Wasser wird in einem mit einem geeigneten Absorptionsmittel gefüllten Röhrchen aufgefangen und gewogen. Zum Abbau der zu analysierenden Substanz wird platinierter Quarz bei 1000⁰ benützt, während die Hydrierungstemperatur 300⁰ beträgt. Die Heizung erfolgt durch elektrische Öfen. Zur Regelung der Stromgeschwindigkeit und des Druckes wird der von A. Friedrich²⁾ angegebene Druckregler benützt.

Die Methode lieferte bisher bei Einwaagen von 3—5 mg befriedigende Ergebnisse:

z. B.	Tristearin	ber. O ₂	10.78	gef. O ₂	10.65
	Saccharose	„ „	51.44	„ „	51.18
	Benzoesäure	„ „	26.22	„ „	26.56
	Bernsteinsäure	„ „	54.20	„ „	53.96
	Resorcin	„ „	29.08	„ „	29.29
	Chinalizarin	„ „	35.29	„ „	35.46

Die Versuche sind zur Zeit noch nicht abgeschlossen. Weitere Mitteilungen folgen.

¹⁾ B. 70, 1025 [1937].

²⁾ Die Praxis der quantitativen organischen Mikroanalyse, S. 23.