

FACHSITZUNGEN

Die mit einem Stern gekennzeichneten Vorträge fanden als Veranstaltung der einzelnen Fachgebiete in einer Reihe „Zusammenfassende Fachvorträge“ vor sämtlichen Hauptversammlungsteilnehmern statt.

I. Fachgebiet Analytische Chemie. (Fachgruppe des V. D. Ch.)

Vorsitzender: Dr. R. Fresenius, Wiesbaden.

Sitzung am 10. Juli 1936.

Geschäftliche Sitzung:

Der Name der Fachgruppe soll in „Fachgruppe für analytische Chemie und Mikrochemie“ abgeändert werden.

Wissenschaftliche Sitzung:

Prof. Dr. A. Schleicher, Aachen: „Die analytisch nutzbare Leistung chemischer Reaktionen.“

Die modernen mikroanalytischen Methoden entsprechen der Forderung nach der analytischen Leistung der Reaktionen nur zum Teil. Mit der Bestimmung der Erfassungsgrenze, der Grenzkonzentration und des Grenzverhältnisses wird keine Aussage über die Leistung gemacht, sondern vielmehr eine Angabe über die Empfindlichkeit.

Erst wenn man sie in der Weise zum Ausdruck bringt, wie es bei quantitativen Bestimmungen geschieht, wird man der Forderung entsprechen. Dazu aber ist es notwendig, den Verlauf der Mikroreaktionen in derselben Weise zu verfolgen, wie dies z. B. bei Titrationen durch den Verfolg der Änderung der Konzentration mit der zugesetzten Reagensmenge geschieht.

Es läßt sich nun zeigen, daß man bei Verwendung der Leistungsfaktoren — Kapazität und Intensität — die analytische Leistung durch die „Grammanreicherung“ ausdrücken kann, ein Produkt, welches aus der erfaßten Menge in Gramm und dem Logarithmus der Anreicherung besteht.

Die Größe dieses Produktes läßt sich auch dann angeben, wenn die zu erfassende Menge sehr klein ist und nicht nur ein einzelner Bestandteil, sondern mehrere von dem analytischen Vorgang erfaßt werden. Graphisch lassen sich die einzelnen Leistungen als Rechtecke darstellen, welche aneinander gereiht den typischen Verlauf einer einzelnen Kurve aufweisen. Der Endpunkt einer solchen Gesamtleistungskurve ist gegeben durch die von I. und W. Noddack gefundene Allgegenwart der Elemente und die Allgegenwarkonzentration derselben.

Zwischen den durch chemisch-stöchiometrische Verfahren gefundenen Leistungen der quantitativen Analyse und den auf chemischen oder physikalischen Vorgängen fußenden qualitativen Leistungen besteht alsdann kein prinzipieller Unterschied mehr, nur ist die Genauigkeit der ersten auf den Atomgewichten, die der letzteren auf der Allgegenwarkonzentration aufgebaut.

Es muß also gefordert werden, daß bei allen qualitativen Reaktionen nicht nur diejenigen Elemente angegeben werden, welche gefunden wurden, sondern auch diejenigen, auf welche ohne Erfolg geprüft wurde, d. h. es muß die Konzentrationsstufe genannt werden, bis zu welcher die Prüfung im einzelnen durchgeführt wurde.

Es läßt sich zeigen, daß auch die übrigen technisch gebräuchlichen Bezeichnungen für die Leistung auf analytische Operationen Anwendung finden können.

Dr. I. Noddack, Freiburg i. Br.: „Über die Allgegenwarkonzentrationen der chemischen Elemente.“

Aus einer großen Anzahl von Mineralanalysen, die I. und W. Noddack im Laufe der letzten 14 Jahre ausführten, läßt sich schließen, daß alle chemischen Elemente in allen Mineralien der Erdoberfläche enthalten sind und daß nur die Konzentrationen der einzelnen Elemente in den verschiedenen Mineralien recht verschieden sind. Diese „Allgegenwart“

wurde für einige wenige Elemente auch von anderen Forschern nachgewiesen, für radioaktive Elemente war sie schon lange bekannt.

Wenn man die Frage zu beantworten sucht, welche Mindestkonzentration irgendein Element in den bekannten Mineralien hat so kommt man zu der Feststellung, daß es für jedes Element eine wohl definierbare Grenzkonzentration gibt, mit der es in allen Mineralien mindestens vorhanden ist. Sie liegt für die meisten Elemente so tief, daß das Vorkommen der betreffenden Elemente in dieser geringen Konzentration früher übersehen wurde. Erst die Verfeinerung der Mineralanalysen — optische und Röntgenspektroskopie, verbunden mit chemischer Anreicherung — führte zu ihrem Nachweis. Die Allgegenwarkonzentrationen vieler Elemente lassen sich heute bereits zahlenmäßig angeben. Sie sind von der irdischen Häufigkeit der Elemente und von ihrem Dispersitätsgrad abhängig. Diese Abhängigkeit wird näher besprochen.

Die Ursache der Allgegenwart der Elemente ist in der Bildungsweise der Mineralien und damit in der Art der Entstehung und Abkühlung der Erdoberfläche zu suchen. Die Tatsache der Allgegenwart der Elemente gestattet umgekehrt, Schlüsse auf die Vorgänge bei der Bildung der Erdkruste zu ziehen.

Es wird dann gezeigt, welche Bedeutung die Allgegenwart und die Allgegenwarkonzentrationen der Elemente in theoretischer und praktischer Beziehung haben.

Die Tatsache der Allgegenwart der Elemente verlangt, daß man bei der Wiedergabe chemischer Analysen stets sagt, bis zu welcher Konzentration auf ein Element hin geprüft wurde, das man bisher einfach als „nicht vorhanden“ angab.

Sie verlangt weiter, daß man bei Reinheitsforderungen von Chemikalien, sowohl Elementen wie Verbindungen, keine unvernünftigen Forderungen stellt; denn bei der Verarbeitung von Mineralien gehen alle darin enthaltenen Elemente zu einem gewissen Bruchteil in die aus den Mineralien gewonnenen Produkte über. Alle Anreicherungsverfahren und Reinigungsmethoden, ebenso alle Analysemethoden, müssen auf ihre Leistungsfähigkeit hin geprüft werden.

Für die Erforschung geochemischer Probleme ist die Allgegenwart der Elemente von Bedeutung, worauf schon bei der Besprechung der Ursachen der Allgegenwart hingewiesen wurde.

Aussprache:

Fischer, Siemensstadt: Eine für den praktischen Analytiker wichtige Schlußfolgerung, die aus der Ermittlung der Allgegenwarkonzentration gezogen werden muß, ist die Begrenzung der Empfindlichkeit qualitativer Nachweise. Die Empfindlichkeit darf für die Praxis nicht so weit getrieben werden, daß sie unter die Allgegenwarkonzentration gelangt. Die Bestrebungen, Nachweisverfahren immer empfindlicher zu gestalten, sollten angesichts der Gefahr der Überempfindlichkeit in der Allgegenwarkonzentration eine Schranke finden.

Dr.-Ing. A. Brukl und Prof. Dr. W. Noddack, Freiburg: „Über die Reduktionspotentiale der seltenen Erden“ (vorgetragen von A. Brukl).

Die seltenen Erden Sc, Y, La usw. treten im allgemeinen in der dreiwertigen Form auf. Es ist aber bekannt, daß einige von ihnen, wie Sm, Eu und Yb, auch zweiwertig sein können. Andere wieder, wie Ce, Pr, Nd und Tb, sind in der Lage, auch vierwertige Verbindungen zu bilden.

Vor einiger Zeit wurde von A. Brukl gezeigt, daß man durch elektrolytische Reduktion in wässriger Lösung das

Europium aus Erdgemischen abtrennen und auf diesem Wege sehr einfach präparativ gewinnen kann¹⁾.

In ähnlicher Weise gelang es vor kurzem, aus Yb-haltigen Erdgemischen das Ytterbium in größerer Menge rein darzustellen. Bei dieser Reduktion konnten auch die Nachbarelemente des Ytterbiums, Thulium und Cassiopeium, mit einem Reinheitsgrad von etwa 95% gewonnen werden.

Selbst das am schwersten reduzierbare Samarium ließ sich auf diesem Wege abscheiden.

Da die Methode der präparativen Darstellung einzelner seltener Erden durch Ausnutzung ihres Valenzwechsels einen neuen Weg der Erdendarstellung eröffnet, erschien es wichtig, alle bekannten dreiwertigen Erden auf einen derartigen Valenzwechsel bei der Elektrolyse zu untersuchen.

Als Material dienten Präparate sämtlicher seltener Erden, von denen Sc, Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Dy, Er und Yb einen Reinheitsgrad von etwa 99,9% hatten. Die Erden Gd, Tb, Ho, Tm und Cp lagen mit einem Reinheitsgrad von 88—95% vor.

Sulfatlösungen einzelner Erden wurden bei verschiedenen Konzentrationen mit Hilfe der Quecksilbertropfkathode untersucht und die Stromspannungskurven aufgenommen. An den Knicken dieser Kurven wurden die Reduktionspotentiale der Erden berechnet. In Lösungen von Erdgemischen lassen sich einzelne Erden, welche Valenzwechsel zeigen, an ihren Knicken in der Stromspannungskurve erkennen. Aus der Höhe der charakteristischen Stufen kann man den Gehalt an diesen Erden bestimmen.

Die kathodischen Stromspannungskurven wurden bei allen Erden bis zum Beginn der Amalgambildung verfolgt.

Aus den vorliegenden Messungen lässt sich abschätzen, bei welchen Erden durch den Valenzwechsel eine präparative Abscheidung möglich erscheint.

Aussprache:

Klemm, Danzig: Die Reduzierbarkeit des Gadoliniums konnte nicht erwartet werden und bedarf noch der exakten Bestätigung. -- Vortr.: Die Kurve des Ga kann nicht durch Verunreinigungen bedingt sein, die Frage wird noch exakter geprüft werden. -- Hohn, Köln: Die Messung von Reduktionspotentialen fordert Berücksichtigung ihrer Konzentrationsabhängigkeit; Heyrovsky u. Ilković haben für den Mittelpunkt einer Stroumsstufe nachgewiesen, daß sein Potential von der Konzentration nicht abhängig ist, also sich als Definitionspunkt eignet. Die Höhe einer Stromstufe lässt sich als Maß der Konzentration mit sehr viel größerer Genauigkeit verwenden, wenn man durch Zusatzelektrolyte die Ionensumme der Lösungen annähernd konstant hält und stets bei der gleichen Temperatur arbeitet.

Prof. Dr.-Ing. Dr. phil. Yrjö Kauko, Helsingfors:
„Eine Methode zur Bestimmung der Lufthohlensäure und einige Anwendungen derselben.“

Die Lufthohlensäure wird nach Vf.²⁾ so bestimmt, daß die zu untersuchende kohlensäurehaltige Luft durch eine verdünnte Bicarbonatlösung bis zur Einstellung des Gleichgewichtes geleitet, das pH der Lösung bestimmt und daraus der Kohlensäuregehalt der Luft berechnet wird. Beträgt die Genauigkeit der pH-Messung $\pm 0,01$, so wird der Kohlensäuregehalt mit der Genauigkeit $\pm 2,3\%$ ermittelt. Die pH-Bestimmung kann colorimetrisch oder potentiometrisch ausgeführt werden. Die Methode wurde zu folgenden Zwecken verwendet:

1. Aus den Poren der Erde wird eine Luftprobe von 2—5 cm³ unter Anwendung des Quecksilbers als Sperrflüssigkeit entnommen und potentiometrisch analysiert. — Aus der atmosphärischen Luft werden aus verschiedenen Höhen Luftproben entnommen und analysiert. — 2. Die Sorptionsfähigkeit des Sorptionsmittels (Kauko-Mantere)³⁾ für Kohlensäure wird ermittelt, indem Luft von bekanntem

Kohlensäuregehalt durch das Sorbens geleitet und die Abnahme des Kohlensäuregehaltes der Luft bestimmt wird. —

3. Bei Wasseruntersuchungen bietet die Bestimmung der Kohlensäurekomponenten sehr große Schwierigkeiten. Wenn aber das Wasser mit einer kleinen Luftmenge in Berührung gebracht wird und der CO₂-Gehalt dieser Luft ermittelt wird, so kann man den CO₂-Druck einfach und schnell bestimmen (Pekkarinen)⁴⁾. Auch die Bestimmung des pH des Wassers geschieht unter Zuhilfenahme dieser Luft sicher und schnell. — 4. Der Kohlensäuredruck des Blutes kann gefunden werden (Kauko-Mantere)⁵⁾, indem das zu untersuchende Blut mit einer kleinen Menge Bicarbonatlösung durch eine gemeinsame Gasphase ins Gleichgewicht gebracht und der CO₂-Druck der Bicarbonatlösung bestimmt wird. — 5. Die Gesamtkohlensäure einer Lösung (z. B. des Bieres) kann in folgender Weise bestimmt werden:

Die zu untersuchende Lösung, die unterwegs sauer gemacht wird, fließt langsam mit einer bestimmten Geschwindigkeit von oben nach unten einem Luftstrom von bekanntem CO₂-Gehalt entgegen (Kauko-Mantere-Yli-Uotila)⁵⁾. Durch Bestimmung des CO₂-Gehaltes der durchgegangenen Luft wird die gesamte Kohlensäure der Lösung ermittelt. — 6. Die organischen Stoffe in der Luft können mit Hilfe von Katalysatoren leicht quantitativ verbrannt werden. Wenn der Zuwachs des Kohlensäuregehaltes bestimmt wird, so läßt sich die Menge des bekannten organischen Stoffes in der Luft daraus berechnen (Brehmer⁶⁾). Der kleine Dampfdruck des organischen Stoffes kann so mit sehr großer Genauigkeit bestimmt werden. Da sich die Halogene und Schwefel aus der Verbrennungsluft leicht quantitativ entfernen lassen, so können auch die giftigen Gase quantitativ bestimmt werden.

Dr. phil. U. Ehrhardt, Bitterfeld: „Das Triodometer, Apparatur zur Ausführung elektrometrischer Maßanalysen.“

Eine Elektronenröhrenapparatur zur Ausführung elektrometrischer Maßanalysen wird beschrieben. Sie kommt in zwei Typen in den Handel, von denen die eine nur die Ausführung von Potentialmessungen, die andere außerdem die Bestimmung von Leitfähigkeiten und Dielektrizitätskonstanten gestattet. Als Stromquelle dient ausschließlich das Lichtnetz (Wechselstrom). Durch sorgfältige Auswahl der Bauelemente wurde eine hervorragende Nullpunktsspannung erreicht. — Die Potentialmessung geschieht nach dem Prinzip des Röhrenvoltimeters, indem die zu messende Spannung an Heizfaden und Gitter der Röhre gelegt und die Änderung des Anodenstromes gemessen wird. Potentiometrische Titrationen können nach diesem Prinzip visuell durchgeführt werden.

Eine hierfür geeignete Titriervorrichtung mit fest eingebauten Bezugss- und Indicatorelektroden wird beschrieben. — Bei der Bestimmung des pH-Wertes erfolgt die Eichung entweder mittels Standardlösungen durch Messung des Ausschlages oder durch Vergleich mit bekannten Potentialen nach einer Nullpunktsmethode. In letzteren Falle ist der noch verbleibende Gitterstrom so gering, daß auch pH-Bestimmungen bzw. Titrationen unter Anwendung von Glaselektroden nicht möglich sind. Die Herstellung der Glaselektroden und geeignete Maßanordnungen für diesen Spezialzweck werden beschrieben. — Für die Ausführung von Leitfähigkeitsbestimmungen wird der erforderliche Wechselstrom mit Hilfe einer Elektronenröhre in Generatorschaltung erzeugt. Die gleiche Röhre dient dazu, das Wechselstrompotential zu messen. Bei einer derartigen Anordnung können konduktometrische Methoden ebenfalls visuell durchgeführt werden, da die Umschlagspunkte durch das veränderte Verhalten des Zeigers am Meßinstrument leicht zu erkennen sind. Die Bestimmung der spezifischen Leitfähigkeit erfolgt, indem man die Analysensubstanz in Leitfähigkeitsgefäß bekannter Widerstandskapazität füllt und deren Widerstand durch Vergleich mit bekannten Widerständen ermittelt. — Die Analyse binärer Stoffgemische

¹⁾ Vgl. diese Ztschr. 49, 159 [1936].
²⁾ Kauko u. Carlberg, Z. analyt. Chem. 102, 393 [1935].
³⁾ Kauko u. Mantere, Suomen Kemistilehti (Acta chem. fenn.) B. VII, 12 [1934].
⁴⁾ Pekkarinen, Suomen Kemistilehti (Acta chem. fenn.) B. VIII, 34 [1935].

⁵⁾ Noch nicht veröffentlicht.

⁶⁾ Brehmer, ebenda B. VIII, 4 [1935]; B. IX, 14 [1936].

mit Hilfe der Dielektrizitätskonstante erfolgt nach ganz ähnlichen Prinzipien wie die Bestimmung der Leitfähigkeit, jedoch wird zur Aufnahme der Analysensubstanz ein Meßkondensator in den Schwingungskreis eingeschaltet.

Dr. W. Schuhknecht, Leipzig: „Spektralanalytische Bestimmung des Kaliums.“

Bei der zurzeit üblichen, von Lundegårdh erprobten Arbeitsweise zur spektroskopischen Bestimmung von Kalium wird die Untersuchungslösung fein verstäubt und einer Flamme zugeführt. Durch spektrale Zerlegung des von der Flamme emittierten Lichtes erhält man das Spektrum der Probe; die Messung der Schwärzung der Kaliumlinien in dem auf einer Photoplatte aufgenommenen Spektrogramm ergibt den Kaliumgehalt. — Die Einschaltung der Photoplatte — mit allen Fehlern der notwendigen photographischen Prozesse — verlangsamt und verteuert das Verfahren; außerdem setzt die Anwendung der Photoplatte eine sorgfältige Berücksichtigung der Schwärzungsgesetze voraus. Vortr. hat daher die photographische Aufnahme durch eine direkte lichtelektrische Messung ersetzt und durch einige apparative Änderungen wesentlich vereinfacht. Die so vereinfachte Anordnung wurde zur Bestimmung sehr kleiner Kaliumgehalte mit Erfolg verwendet.

Dozent Dr. P. Wulff und Dr. W. Kordatzki, Pullach b. München: „Fortschritte und Aufgaben industrieller pH-Messung.“

Bei der pH-Messung, die im letzten Jahrzehnt in immer ausgedehnterem Maße ein wichtiges Kontroll- und Untersuchungsverfahren nicht nur des rein chemischen Betriebes geworden ist, sondern ebenso in den Industrien der Grenzgebiete große Bedeutung erlangt hat, sind drei Hauptanwendungsgebiete zu unterscheiden: 1. die Stichprobenkontrolle zur Prüfung von Ansätzen und Erzeugnissen, 2. die kontinuierliche Überwachung einer Lösung oder eines Vorganges, 3. die Anwendung in der Betriebsforschung.

Den vorstehenden Zwecken entsprechend werden auch die verschiedensten Verfahren der Messung angewendet. Das klassische, in der biochemischen Forschung entwickelte Verfahren ist das elektrometrische. Davon abgeleitet und in der Festlegung der Bezugswerte auch abhängig ist das colorimetrische Verfahren. Bei rein wissenschaftlichen Arbeiten wird man meist auch auf diese grundlegenden Verfahren in ihrer ursprünglichen Anwendungsform zurückgreifen.

Für die Verhältnisse des chemischen Betriebes sind diese Anwendungsformen jedoch aus den verschiedensten Gründen oft nicht geeignet. In solchen Fällen gewinnen die praktischen Verfahren der pH-Messung Bedeutung, welche von den klassischen in mancher Hinsicht abweichen. Dabei treten Gesichtspunkte auf, welche ihrer Anwendbarkeit einerseits bestimmte Grenzen setzen, deren Beachtung aber andererseits die Lösung besonderer industrieller Aufgaben auf dem Wege der pH-Messung überhaupt erst möglich macht.

Diese Gesichtspunkte werden besprochen. Obwohl wegen des Einflusses von Begleitumständen sich der wahre pH-Wert häufig überhaupt nicht ermitteln läßt, kann trotzdem die Vornahme einer Messung einen hohen Wert behalten, da die Meßwerte, z. B. Millivoltwerte oder Farbnormen, eine befriedige Kontrolle und Leitung des Fabrikationsvorganges hinsichtlich der Acidität bzw. Alkalität ermöglichen.

Die in den letzten Jahren erzielten Fortschritte und Vereinfachungen in den Verfahren werden besprochen unter Berücksichtigung: der colorimetrischen Verfahren, der elektrometrischen Verfahren mit Kompensation, der elektrometrischen Verfahren mit Anzeige und der Elektroden für elektrometrische Verfahren. Als neu werden insbesondere besprochen die vereinfachten elektrometrischen Kompensationsverfahren mit mittelbarer Anzeige des pH-Wertes und das lichtelektrische automatische Kompensationsverfahren.

Aussprache:

Otto, Ludwigshafen: Ist die photoelektrische Meßanordnung für die Glaselektrode brauchbar? - - Vortr.: Bei dem gegenwärtigen Stand der Entwicklung muß die Frage verneint werden.

Dr. H. Hohn, Rodenkirchen b. Köln: „Über die Eignung der Polarographie zu vollautomatischen chemischen Analysen.“

Die Stromspannungskurve einer Tropfelektrode liefert in ihrer Spannungsordinate die Reduktionspotentiale der Elektrolytbestandteile, in der Stromordinate die Werte für die Diffusionsströme, welche durch die Substanzmengen gegeben sind, die in der Zeiteinheit reduziert werden. Die Potentiale liefern eine qualitative, die Diffusionsströme eine quantitative Aussage über die untersuchte Lösung. Da in verhältnismäßig einfacher Weise die selbsttätige Aufzeichnung einer „polarographischen“ Stromspannungskurve erreicht werden kann und die Reduzierbarkeit eine Eigenschaft zumindest aller Kationen ist, wären die Voraussetzungen für eine objektive maschinelle Schnellanalyse gegeben, wenn nicht die oft komplizierten elektrochemischen Vorgänge an der Elektrodenoberfläche besondere Bedingungen für die Zusammensetzung der Probolösungen fordern würden. Diese sind: Ausschaltung der Überführungerscheinungen durch Zusatz eines schwer reduzierbaren Kations in großem Überschuß, Ausschaltung der Adsorptionskräfte an der Elektrodenoberfläche durch Zusatz eines oberflächenaktiven Stoffes, Erzwingung eines gleichmäßigen Tropfenfalls durch Zusatz einer Substanz mit hoher Viscosität und Festlegung des Ionentypus der zu bestimmenden Substanzen durch geeignete Anionen. Außerdem dürfen die durch die Ausbildung der Diffusionsströme in der Stromspannungskurve auftretenden Stromstufen nicht miteinander koinzidieren (Komplex- oder Fällungstrennung), Stromstufen von Wasserstoffion, gelöstem Luftsauerstoff und anderen fremden Begleitsubstanzen dürfen nicht auftreten, und die Lösung muß frei von langsamen Reaktionen (Ionenumwandlung) sein. Alle diese Forderungen können meist einfach und mechanisch erfüllt werden, wenn man bestimmte, den einzelnen analytischen Problem angepaßte Zusatzlösungen mit der Probe vermischt, so daß eine polarographische Analysenvorschrift in der jeweils verschiedenen Zusammensetzung dieser Zusatzlösung ihren Ausdruck findet, und die Analyse selbst nur mehr aus dem Lösen der Probe, dem Zusammischen mit der auf Vorrat herzustellenden Zusatzlösung und der vollautomatischen Kurvenaufnahme besteht. - Für die Bestimmung von Kupfer, Nickel und Zink in einer Neusilberlegierung, für die Analyse des Nitrat- und Sulfatgehaltes einer Mischsäure sowie für die Bestimmung von Aldehyd, Fusel und Phytoalbumin in Wein werden die Zusatzlösungen und damit die Analysenvorschriften mitgeteilt.

Dr. habil. G. Endres und L. Kaufmann, München: „Eine neue Methode zur Bestimmung kleinster Mengen Jod.“ (Vorgetragen von G. Endres).

Im Rahmen von Untersuchungen über den Mechanismus der biologischen N₂-Fixation*) wurde eine Bestimmungsmethode kleinster Mengen Hydroxylamin ausgearbeitet. Das Verfahren beruht auf dem Befund, daß sich NH₂OH durch überschüssiges Jod nach der Gleichung



in Gegenwart von Sulfauksäure quantitativ zu Nitrit oxydieren läßt. Die Menge der entstandenen Diazoverbindung wird durch Kuppelung mit Naphthylamin bestimmt. — Es wurde gefunden, daß sich auf diesem Wege ebenfalls sehr kleine Mengen Jod ermitteln lassen. Gibt man zu einer wässrigen Lösung von J₂ Hydroxylamin und Sulfanilsäure — beide im Überschuß — so entsteht die dem Jod äquivalente Menge Nitrit bzw. Diazoverbindung. Nach Zugabe von Naphthylamin erfolgt die Bestimmung des Azofarbstoffes zweckmäßig im Pulfrich-Photometer. Für Filter S₆₃ und d = 3 cm und c_{Farbstoff} = 10⁻⁵ ist lg J₀/J = 1,16. Es lassen sich mit einer Fehlergrenze von 3% noch 5,0 γ Jod in 10 cm³ Lösung (J₂-Konz. = 4 · 10⁻⁶) bestimmen. bemerkt sei, daß die Jodstärkereaktion bei einem Gehalt von 6 γ in 10 cm³ Lösung soeben sichtbar wird.

*) Liebigs Ann. Chem. 518, 111 [1935].