

das Filtrat in eine mit Schraubdeckel verschließbare Flasche, fügt 5 ml Eisessig, dann 10–20 mg Zn-Amalgam zu und schüttelt 20 Minuten lang in einem auf 50° C geheizten Thermostaten. Hierauf wird wieder filtriert, wobei man darauf achtet, daß keine Zn-Amalgam-Teilchen in das Filtrat gelangen. Nach Zugabe von 7 ml konz. Ammoniak titriert man amperometrisch mit 0,002 n  $\text{AgNO}_3$ -Lösung.

Die Disulfidbestimmung liefert im allgemeinen um etwa 5% zu niedrige Resultate. Nach dem zweiten Verfahren können etwa 0,05% Disulfid in Mercaptan erkannt werden, 0,1–1% oder größere Mengen lassen sich quantitativ ermitteln.

H. FREYTAG

**Bestimmung von Hydrochinon.** I. M. KOLTHOFF und TH. S. LEE<sup>1</sup> vergleichen die jodometrische und cerimetrische Titration des Hydrochinons. Die erste besteht darin, daß man zur Hydrochinon-Lösung eine bekannte Jodlösung im Überschuß zufügt und das unverbrauchte Jod zurücktitriert. Bei der Titration ist ein  $p_{\text{H}}$ -Wert größer als 6 einzuhalten und beim Arbeiten im alkalischen Gebiet ist der Luftsauerstoff auszuschließen. Nach Feststellung der Verfasser reagiert überschüssiges Jod mit Chinon unter Bildung eines orange oder braun gefärbten Produktes, wodurch sich Titrationsfehler ergeben können. Die Rücktitration soll daher rasch stattfinden, um das Ausmaß der störenden Nebenreaktion auf ein Minimum herabzusetzen. Die gefärbten Produkte erschweren auch das Erkennen des Titrationsendes. Es wird daher folgende Arbeitsweise empfohlen, die mit dem früher von I. M. KOLTHOFF<sup>2</sup> angegebenen Verfahren fast identische Werte liefert.

Eine Einwaage von 0,12 bis 0,20 g Hydrochinon wird im ERLÉNMEYER-Kolben in 25 ml Wasser gelöst; man fügt 5 g  $\text{CO}_2$ -Schnee und 2 g  $\text{NaHCO}_3$  hinzu. Der Kolben wird mit einem Uhrglas bedeckt und bis zum Verschwinden des  $\text{CO}_2$ -Schnees geschwenkt. Dann läßt man die Lösung Raumtemperatur (keine höhere) annehmen, gibt 1 ml Stärkelösung zu und titriert sofort mit 0,1 n J-Lösung bis zum Jodstärke-Endpunkt. 1 ml der J-Lösung wird im Überschuß zugegeben und dieser mit 0,05 n  $\text{As}_2\text{O}_3$ -Lösung bis zur hellgelben Färbung zurücktitriert. Der Fehler des neuen und des älteren Verfahrens beträgt +0,3%.

Die von N. H. FURMAN und J. H. WALLACE<sup>3</sup> empfohlene Hydrochinon-Titration mit Cer(IV)-sulfat kann potentiometrisch oder mit Diphenylamin bzw. Diphenylaminsulfonat als Indikator vorgenommen werden. Verfasser fanden auch den Indikator Fe(II)-phenanthrolin sehr geeignet. Der mittlere Fehler von 10 Titrationen mit 0,1 n Cer(IV)-sulfat betrug 0,02%. Die cerimetrische Methode ist also wesentlich genauer als das jodometrische Verfahren. Liegen aber Verunreinigungen der Probe mit Stoffen vor, die durch Cer(IV)-sulfat oxydiert werden, wie z. B. Oxalat, so ist man auf die jodometrische Methode angewiesen.

H. FREYTAG

<sup>1</sup> Ind. eng. Chem. Anal. Edit. 18, 452 (1946).

<sup>2</sup> Rec. trav. chim. 45, 745 (1926).

<sup>3</sup> J. Amer. Chem. Soc. 52, 1443 (1930); vgl. diese Z. 83, 222 (1931).