Lösung von Perchlorsäure erfolgt. Es genügt zur Auflösung einer Verbindung eine Menge von 2–10 ml Eisessig mit 1–9% Wassergehalt, während bei reinem Eisessig Acetylierung erfolgt. Die Titration ist nur möglich, wenn die Dissoziationskonstante einer Base in wäßriger Lösung ungefähr 10^{-10} beträgt und nicht unter 10^{-12} liegt. Obschon dies bei den Aminosäuren nicht zutrifft, können sie ganz gut titriert werden. Aminosäuren sind in einem bekannten Überschuß von Perchlorsäure löslich. Dieser wird mit Natriumacetat zurücktitriert. Es werden etwa 4–130 mg Probematerial benötigt.

K. HINSBERG.

Dead stop-Titration. H. L. KIES¹ hat im Anschluß an eine Reihe von Arbeiten über die Theorie der Dead stop-Titration² auch über die theoretischen Zusammenhänge und die praktische Darstellung von Dead stop-Titrationen an zwei gleichen

Metallelektroden in der Ionenlösung dieses Metalls (Quecksilber) berichtet und insbesondere auf die schon lange bekannten Arbeiten von E. SALOMON³ hingewiesen. — Elektrolysiert wird in einem Acrylharzbehälter („Perspex-“) (5 cm $\varnothing$ $\times$ 12 cm), der in zwei Höhen von 2 cm Durchmesser die Quecksilberbodenelektroden enthält. Zwischen beiden ist zur Verhinderung einer zu starken Bewegung der Quecksilberoberfläche beim Rühren mit 1350 U/min ein 1 cm hohes Platinblech eingesetzt. Das Gefäß wird möglichst weitgehend verschlossen. Es wird unter Kohlendioxyd als Schutzgas gearbeitet. Die elektrische Meßanordnung ist bereits früher beschrieben².

K. CRUSE.

Abb. 1. Quecksilber-Kathodenzelle nach AYLWARD und WOOLDRIDGE.

Eine Quecksilberkathode für elektrolytische Trennungen beschreiben G. H. AYLWARD und H. V. WOOLDRIDGE⁴. Die Anordnung ist in Abb. 1 wiedergegeben; sie wurde mit Erfolg zur Abtrennung von bei der Al-Bestimmung mit Oxin störenden edleren Kationen verwendet. Die Abtrennung des als Kathode verwendeten Quecksilbers gelingt leicht,

quantitativ und ohne Verlust an Probelösung, so daß eine vorgeschaltete kathodische Abscheidung edlerer Kationen beträchtlich vereinfacht ist. Das Quecksilber wird einfach durch die Hähne A und B bis wenige Millimeter unter A abgelassen, dann wird A geschlossen. Durch B läuft das restliche Quecksilber ab, ohne daß die unter A befindliche Lösung ausläuft, die dann mit der ganzen, nun quecksilberfreien Lösung abgenommen werden kann.

K. CRUSE.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) 11, 382–389 (1954). T. H. Delft (Holland).

² KIES, H. L.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) 10, 161, 575 (1954); vgl. diese Z. 145, 199 (1955).

³ Z. phys. Chem. 24, 55 (1897); 25, 365 (1898).

⁴ Analyst (London) 78, 386 (1953). N. S. W. Univ. Technol., Sydney (Australien)