

# Beitrag zur Mikroanalyse organischer Quecksilberverbindungen.

Gleichzeitige Bestimmung von Stickstoff und Quecksilber.

Von **Franz Hernler**.

(Aus dem Chemischen Institut der Universität Innsbruck.)

(Eingelangt im 26. April 1929.)

Vor längerer Zeit schon wurden beim Arbeiten über 1-, 2-, 4-Triazole eine Reihe von Quecksilberchloriddoppelsalzen erhalten, deren vollständige Analyse wünschenswert schien. Da in diesem Falle bei der mikroanalytischen C-H-Bestimmung nach PREGL die Wasserstoffwerte ganz entgegen den sonst gewohnten, glänzenden Erfahrungen, wenn auch meist noch innerhalb der Fehlergrenze liegend, doch stets zu hoch gefunden wurden, wurde zur Bindung des anscheinend spurenweise übergehenden Quecksilbers die PREGL'sche „Universalfüllung“ insoferne etwas abgeändert, als in die Spitze des Verbrennungsrohres zunächst ein Bäschchen von Feingolddraht so eingefüllt wurde, daß das eine Ende des Golddrahtes ungefähr einen Zentimeter in die Kapillare des Schnabels hineinragte. Auf dieses Goldbäschchen folgt dann die normale Rohrfüllung nach PREGL. Die mit dem so gefüllten Rohr erhaltenen Wasserstoffwerte schwankten um den theoretischen Wert und waren zufriedenstellender, wie die nachfolgende Zusammenstellung von Mittelwerten aus mehreren Analysen zeigt. Daß tatsächlich spurenweise Quecksilber in den Schnabel des Verbrennungsrohres gelangt — weitaus der größte Teil wird im Bleisuperoxyasbest und dem beiderseits anschließenden Tressensilber zurückgehalten — konnte nach einer größeren Anzahl von Analysen dadurch beobachtet werden, daß der in den Schnabel des Verbrennungsrohres hineinragende Golddraht stellenweise eine graue Färbung angenommen hatte, die beim schwachen Erhitzen unter Durchleiten von Luft verschwand, wobei mit der Lupe der Beschlag des abdestillierenden Quecksilbers deutlich verfolgt werden konnte.

In einer vor einiger Zeit in dieser Zeitschrift (Bd. VI, S. 5 [1928]) erschienenen Abhandlung „Eine mikroanalytische Bestimmung des Quecksilbers in organischen Substanzen und über die C-H-Bestimmung in solchen“ zeigt A. VERDINO, daß die PREGL-

Substanz	% H ber.	% H ohne Goldvorlage	$\Delta$ % H	% H mit Goldvorlage	$\Delta$ % H
$C_6H_5(CH_3)_2C_2N_3 \cdot HgCl_2^1$	2,49	2,68	+ 0,19	2,38	- 0,11
m- $CH_3 \cdot C_6H_4(CH_3)_2C_2N_3 \cdot HgCl_2^2$	2,86	3,13	+ 0,27	2,77	- 0,09
m- $CH_3 \cdot C_6H_4(CH_3)_2C_2N_3 \cdot HCl \cdot HgCl_2^3$	2,85	3,14	+ 0,29	2,67	- 0,18
m- $CH_3 \cdot C_6H_4(CH_3)_2C_2N_3 \cdot HgCl_2^2$	2,86	3,27	+ 0,31	3,11	+ 0,25
p- $[CH_3 \cdot C_6H_4(CH_3)_2C_2N_3]_4 \cdot 3HgCl_2^4$	3,35	3,59	+ 0,24	3,26	- 0,09
p- $CH_3 \cdot C_6H_4(CH_3)_2C_2N_3 \cdot HgCl_2^5$	2,86	3,19	+ 0,33	3,10	+ 0,24

1) Phenyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-quecksilberchlorid. 2) m-Tolyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-quecksilberchlorid. 3) Salzsaures m-Tolyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-quecksilberchlorid. 4) p-Tolyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-quecksilberchloriddoppelsalz. 5) p-Tolyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-quecksilberchlorid.

sche „Universalfüllung“ bei der Analyse Hg-haltiger Verbindungen ausreichend ist und das Quecksilber vollkommen zurückgehalten wird. Die Wasserstoffwerte der fünf angeführten Beleganalysen lassen auch nichts zu wünschen übrig, beträgt doch die größte Differenz nur + 0,19% H. Worin die Verschiedenheit der Befunde liegt, kann allerdings nicht ohne weiteres gesagt werden, könnte sich aber vielleicht durch eine etwas höhere Temperatur der Granate (sie betrug bei meinen Versuchen  $186^\circ \pm 2^\circ C$ ) oder durch eine verschiedene Länge des Schnabels der Verbrennungsröhre erklären lassen.

Das Quecksilber selbst wurde seinerzeit bei diesen Verbindungen nach dem von A. MEIXNER und F. KRÖCKER in dieser Zeitschrift, Bd. V (1927), S. 132, angegebenen Verfahren bestimmt, das auf der Verbrennung der organischen Substanz mit Kalziumoxyd und Auffangen des abgeschiedenen, elementaren Quecksilbers in einem mit Gold gefüllten Röhrchen beruht und im wesentlichen eine im Mikromaßstab ausgeführte, ursprünglich von ERDMANN und MARCHAND<sup>1)</sup> angegebene Methode darstellt. Die damit erhaltenen Analysenresultate waren recht zufriedenstellend und ihre Genauigkeit lag etwa innerhalb einem halben Prozent.

<sup>1)</sup> ERDMANN und MARCHAND, Journ. f. prakt. Ch. 31 (1844), S. 385; vergl. auch W. D. TREADWELL, Analyt. Chemie (9., verm. u. verb. Aufl. 1921), Bd. II, S. 142.

Bei den Dumas-N-Bestimmungen nach PREGL, die, wie vorauszusehen war, ohne jede Änderung die gewohnt guten Werte ergaben, wurde beobachtet, daß sich knapp hinter der längeren Drahtnetzrolle im Verbrennungsrohr ein Quecksilberbeschlag absetzte, und es war der Gedanke naheliegend, beide Bestimmungsmethoden zu vereinigen und nach beendeter N-Bestimmung das abgeschiedene Quecksilber in das Goldröhrchen überzutreiben.

Wenn auch bei der Mikroanalyse wegen dem geringen Material- und Zeitaufwand, den sie meist nur erfordert, eine Zusammenfassung der Bestimmung mehrerer Bestandteile in eine Operation nicht mehr so wünschenswert erscheint wie früher, so dürfte sie doch überall dort am Platze sein, wo dies ohne Komplikation der Apparatur und wesentliche Erschwerung der auszuführenden Arbeiten durchführbar ist. Im gegebenen Fall schien dieser Versuch auch deshalb lohnend, da ja häufig Stickstoff in organischen Quecksilberverbindungen angetroffen wird.

Da durch Verwendung des aus Kalziumkarbonat und Salzsäure entwickelten Kohlensäurestromes, der stets stark salzsäurehaltig ist, die Bildung flüchtiger Kupferverbindungen zu befürchten war, die ihrerseits wieder die Resultate der Quecksilberbestimmungen fehlerhaft beeinflussen mußten, wurde die Kohlensäure in dem von A. SCHOELLER<sup>2)</sup> angegebenen Apparat aus im Vakuum geschmolzenem Kalium-Natriumkarbonat, bezogen von der Firma KAHLBAUM, und verdünnter Schwefelsäure dargestellt. Die Erfahrungen mit diesem Kohlensäureentwicklungsapparat waren sehr befriedigend und schon nach kurzer Zeit ließen die erhaltenen Mikroblasen nichts zu wünschen übrig und waren noch wesentlich kleiner als die auf gewöhnliche Weise erzeugten.

Um während der Bestimmung des Stickstoffes Verluste an Quecksilber zu vermeiden, wurden die Versuche zunächst mit einem sonst normal gefülltem Verbrennungsrohr ausgeführt, in dessen Schnabel aber etwas Feingolddraht gegeben wurde. Doch zeigte es sich dabei, daß das quantitative Abtreiben des Quecksilbers aus dem Gold erst bei höherer Temperatur und auch dann nur schwer durchführbar ist, wodurch die gefundenen Quecksilberwerte stets viel zu tief ausfielen. Dem konnte durch Weglassen des Goldes und Kühlung des etwas weiter über das Verbrennungsgestell hinausragenden Schnabels mit feuchten Flanellappen abgeholfen werden.

<sup>2)</sup> A. SCHOELLER, Ztschr. angew. Chem. 34, 586 (1921).

Als Verbrennungsrohr wurde ein 480 mm langes Jenaer Supremaxrohr von 10 mm äußerem Durchmesser verwendet, dessen eines Ende vor dem Sauerstoffgebläse zu einer dickwandigen, 14 mm langen und 3 mm im äußeren Durchmesser weiten Spitze ausgezogen wurde. Zur Füllung wurde drahtförmiges Kupferoxyd von MERCK verwendet, das vorher zur Entfernung von flüchtigen Verbindungen im Muffelofen bis zur Weißglut erhitzt wurde. Als reduzierte Kupferschicht wurde eine mit Methylalkohol reduzierte Spirale aus feinem Kupferdrahtnetz verwendet, die ein sicheres Festsitzen der „bleibenden Füllung“ im Rohre gewährleistet und den Asbestpfropf überflüssig macht. Das gebrauchte, drahtförmige und feine Kupferoxyd wurde nach dem Ausglühen in einem Kjeldahlkolben mit kurzem Hals unter wiederholtem Evakuieren in reiner Kohlensäure erkalten gelassen, wodurch auch im Blindversuch beim Durchheizen der Röhre keine Vergrößerung der Mikroblasen erreicht wurde. Die 80 mm über das Verbrennungsgestell hinausragende Spitze wurde während der Verbrennung durch eine aufgesetzte Asbestplatte vor Wärmestrahlung geschützt, während das zur Analyse fertigbeschnittene Rohr mit seinem leeren Ende 120 mm über das 280 mm lange Verbrennungsgestell hinausragte.

Das Goldröhrchen war dünnwandig und bestand ebenfalls aus Supremaxglas, hatte eine Länge von 45 mm, einen äußeren Durchmesser von 10 mm und war an seinem einen Ende etwas aufgetrieben, während das andere Ende zu einem kapillaren Schnabel von 35 mm Länge und 3 mm äußerem Durchmesser ausgezogen war. Die Füllung bestand aus einer 15 mm langen Schicht fest zusammengedrückten, dünnen Feingolddrahtes, wobei das eine Drahtende bis knapp an das Ende des Schnabels reichte, um sicher alles Quecksilber zu binden.

Da es bei der Ausführung der N-Bestimmung bei geschlossenem Hahn des Kippapparats leicht zum Zurückdestillieren des Quecksilbers kam, wurde auch versucht, die Bestimmung bei einem schwachen Kohlensäurestrom durchzuführen, wobei gute Analysenwerte gefunden wurden und selbst bei einer durchschnittlichen Stromgeschwindigkeit von etwa 2 bis 3 Blasen in der Sekunde (!) konnten beim Verbrennen von Acetanilid N-Werte von höchstens + 0,15% N erhalten werden. Im weiteren Verlaufe der Untersuchung zeigte es sich aber, daß die gefundenen Werte für Quecksilber gleich gut ausfielen, ob man nun die Verbrennung bei einem konstanten Kohlensäurestrom von etwa einer Blase in 3 bis

4 Sekunden oder bei geschlossenem Hahn des Kohlensäureentwicklungsapparats durchführt.

Die N-Bestimmung wird in bekannter Weise ausgeführt, nur wird die Spitze und eventuell auch das Ende der Verbrennungsröhre mit einem nassen Flanellappen gekühlt und durch eine aufgesetzte Asbestplatte vor Wärmestrahlung geschützt.

Erscheinen nach beendeter Verbrennung im Azotometer wieder Mikroblasen, so stellt man mit Hilfe des ebenfalls gerillten Hahnes des Kohlensäureentwicklungsapparats eine Stromgeschwindigkeit von ungefähr zwei Blasen in der Sekunde ein, schaltet das Azotometer ab, gibt nach Entfernung der Flanellappen und Asbestplatten und Abwischen der Spitze mit einem reinen Tuch auf den Schnabel eine kurze Drahtnetzrolle und schiebt das in eine Stativklemme eingespannte, mit der MARIOTTE'schen Flasche verbundene und genau gewogene Goldröhrchen auf den Schnabel des Verbrennungsrohres, kühlt das Ende der Goldfüllung mit einem nassen Flanellstreifen und saugt einen ungefähr doppelt so starken Luftals Kohlensäurestrom mit der MARIOTTE'schen Flasche an. Nun treibt man zunächst mit kleingestellter Bunsenflamme eventuell zurückdestilliertes Quecksilber bis zum Langbrenner vor, wobei man einen manchmal auftretenden, schwer flüchtigen Beschlag unberücksichtigt läßt. Dann saugt man noch etwas stärker mit der MARIOTTE'schen Flasche und beginnt mit kleingestellter Bunsenflamme durch langsames Vorrücken der Drahtnetzrolle das Quecksilber in das Goldröhrchen überzutreiben. Ist man mit dem Brenner bis knapp an dasselbe herangekommen, so stellt man ihn, um das Einsaugen von heißen Verbrennungsgasen und Feuchtigkeit zu vermeiden, unter das Ende des Goldröhrchens und treibt mit Hilfe des „Dackelbrenners“ das Quecksilber restlos in das Goldröhrchen. Nach Wiederholung dieses Erhitzens des Rohrendes bringt man eventuell an der Glaswandung kondensiertes Quecksilber durch vorsichtiges Bestreichen mit dem „Dackelbrenner“ auf die Goldfüllung. Während dieser ganzen Operation ist darauf zu achten, daß die Stärke des Luftstromes dauernd größer bleibt als die des Kohlensäurestromes; es kommt nämlich manchmal vor, daß durch kondensiertes Wasser im Schnabel des Goldröhrchens der Luftstrom gehemmt wird, was aber durch stärkeres Saugen mit der MARIOTTE'schen Flasche leicht behoben werden kann. Außerdem ist wichtig, daß die Flamme des Bunsenbrenners ganz klein gestellt bleibt. Das Quecksilber destilliert schon bei einer Temperatur ab,

bei der ein Glühen der Drahtnetzrolle kaum zu beobachten ist. Erhitzt man höher, so destilliert bei Rotglut, gleichgültig ob nach ausgeführter Analyse oder nach einem Blindversuch, stets wenig einer gelben, öligen Substanz über, die natürlich die Quecksilberwerte fehlerhaft beeinflussen würde. Bei Einhaltung einer niedrigen Temperatur ist aber wegen der großen Verschiedenheit der Flüchtigkeit keinerlei Gefahr zu befürchten.

Nach beendetem Übertreiben wird mit der MARIOTTE'schen Flasche noch etwas stärker angesaugt und ihr Inhalt ( $1\frac{1}{2}$  l) vollständig auslaufen gelassen. Während dieser Zeit wird auch die im Röhrchen niedergeschlagene Feuchtigkeit restlos abgeführt. Nun wird das Goldröhrchen abgenommen, nach PREGL zunächst feucht, dann trocken abgewischt und am besten gleich in der Waage hängend erkalten gelassen. Nach 20 bis 30 Minuten wird dann am sichersten unter Benützung eines gleichen Röhrchens als Tara gewogen.

Bei der experimentellen Durcharbeitung wurde so verfahren, daß zunächst in das normal gefüllte Verbrennungsrohr in einem Porzellanschiffchen abgewogene Quecksilberperlen gebracht wurden, die überdestilliert und im Goldröhrchen fast quantitativ wieder aufgefangen wurden.

Eingewogen: 4,563 mg Hg gefunden: 4,570 mg Hg = 100,15 %.

Eingewogen: 5,224 mg Hg gefunden: 5,211 mg Hg = 99,75 %.

Eingewogen: 0,987 mg Hg gefunden: 0,982 mg Hg = 99,49 %.

Hierauf wurde eine Reihe anorganischer und stickstofffreier, organischer Quecksilberverbindungen der Analyse unterworfen, deren Quecksilbergehalt makroanalytisch überprüft, bezw. festgestellt wurde. Das Einwägen und Einfüllen der Substanz in das Verbrennungsrohr wurde wie bei der N-Bestimmung ausgeführt. Die folgende Zusammenstellung zeigt eine Reihe dabei gefundener Werte.

Substanz	Einwage in mg	mg Hg gef.	% Hg ber.	% Hg gef.	$\Delta$ % Hg
Quecksilberchlorid	3,717	2,737	73,88 <sup>1)</sup>	73,64	-0,24
	4,645	3,424	73,88	73,71	-0,17
	3,906	2,894	73,83	74,09	+0,21

<sup>1)</sup> Für Quecksilberchlorid wurde makroanalytisch 73,82% Hg und für Quecksilberoxyd 92,51% Hg gefunden.

Substanz	Einwage in mg	mg Hg gef.	% Hg ber.	% Hg gef.	$\Delta$ % Hg
Quecksilberoxyd . .	4,334	3,996	92,61 <sup>1)</sup>	92,20	-0,41
	4,144	3 831	92,61	92,45	-0,16
	3,289	3,037	92,61	92,34	-0,27
Quecksilbersulfat . .	3.852	2,557	66,63 <sup>2)</sup>	66,38	-0,25
	4,005	2.660	66,63	66,42	-0,21
	3,726	2,468	66,63	66,24	-0,39
Hydrargyrum salic. .	6,468	3,589	55,82 <sup>2)</sup>	55,49	-0,33
	5,732	3,195	55,82	55,74	-0,08
	4,945	2,749	55,82	55,59	-0,23

<sup>1)</sup> Für Quecksilberchlorid wurde makroanalytisch 73,82% Hg und für Quecksilberoxyd 92,51% Hg gefunden. <sup>2)</sup> Der berechnete Wert beträgt für HgSO<sub>4</sub> 67,62% Hg, für Hydrargyrum salic. 59,59% Hg. Die mikroanalytisch gefundenen Werte wurden auf die makroanalytisch festgestellten Werte von 66,63, bzw. 55,82% Hg bezogen, da bei ersterer Verbindung infolge wechselnden Wassergehaltes, bei letzterer durch Beimengung von Mercurisalicylsäuresalicylat die Hg-Werte die theoretischen nicht erreichten.

Da nur eine geringe Anzahl von analysenreinen, stickstoffhaltigen, organischen Quecksilberverbindungen zur Verfügung stand, wurde bei den folgenden Versuchen stets eine analysenreine Stickstoffverbindung und eine der oben analysierten Quecksilberverbindungen in das Mischröhrchen eingewogen, wie bei der N-Bestimmung mit feinem Kupferoxyd gemengt, in das Verbrennungsröhr eingefüllt und der Analyse unterworfen. Auch hier wurde beim Quecksilbersulfat und Hydrargyrum salic. der mikroanalytisch gefundene Wert auf den durch die Makroanalyse bestimmten Quecksilberwert bezogen. (Tabelle I.)

Bei diesen Versuchen wurden absichtlich Stickstoffverbindungen mit möglichst verschieden gebundenem Stickstoff gewählt.

In der folgenden Zusammenstellung II. sind die Ergebnisse der Analysen der stickstoffhaltigen Quecksilberverbindungen zusammengestellt.

Zum Schlusse wurden noch zwei Verbrennungen mit Phenyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-quecksilberchlorid durchgeführt, bei denen die Kohlensäure mit dem von W. BRUNNER<sup>3)</sup> angegebenen Bikarbonatröhrchen entwickelt wurde und das immer dann mit

<sup>3)</sup> W. BRUNNER, Dissertation Freiburg i. Breisgau (1914); vgl. auch Chem. Ztg. 38, S. 767 (1914).

größtem Vorteil angewendet werden kann, wenn kein luftleerer Kippapparat zur Verfügung steht. Im gegebenen Fall wurde es aber aus dem Grunde angewendet, um zu sehen, ob sich damit nicht die Bildung der oben erwähnten, schwer flüchtigen, öligen Substanz vermeiden läßt, was allerdings nicht der Fall war.

Substanz	Einw. in mg	gef. ccm N	ber. %N
$C_{10}H_{11}N_3 \cdot HgCl_2$	5,155	0,442 (720mm, 19°C)	9,45
$C_{10}H_{11}N_3 \cdot HgCl_2$	4,314	0,374 (720mm, 20°C)	9,45

gef. %N	$\Delta$ %N	gef. mg Hg	ber. %Hg	gef. %Hg	$\Delta$ %Hg
9,50	+ 0,05	2,319	45,12	44,99	- 0,13
9,57	+ 0,12	1,932	45,12	44,79	- 0,33

Was die gefundenen N-Werte anbelangt, so lassen sie nichts zu wünschen übrig und liegen innerhalb der üblichen Fehlergrenze. Die bei den Quecksilberwerten erreichte Genauigkeit von etwa 0,5% ist zufriedenstellend und dürfte wohl für weitaus die meisten Fälle ausreichend sein<sup>4)</sup>, wenn sie auch der von VERDINO (l. c.) durch elektrolytische Abscheidung des Quecksilbers erhaltene von etwa 0,2% nachsteht. Die MEIXNER-KRÖCKER'sche Methode (l. c.) der Hg-Bestimmung bietet dafür den Vorteil der kürzeren Dauer und der jederzeit leicht zu beschaffenden Apparatur.

Die Gewichtskonstanz des mit Quecksilber beladenen Goldröhrchens hängt wesentlich davon ab, ob alles Quecksilber amalgamiert oder ein Teil desselben an den Glaswandungen kondensiert ist. Im ersteren Falle beträgt der Gewichtsverlust beim Hängen in der offenen Waage, wohl wegen der geringen Berührungsfläche des Amalgams mit der Luft, nur 0,0001 bis 0,002 mg/st, während im letzteren Falle der Gewichtsverlust bis zu 0,016 mg/st ansteigen kann. Daß die Gewichtskonstanz mit wachsender Quecksilbermenge abnimmt, ist verständlich und es ist daher vorteilhaft, nach jeder Bestimmung das Quecksilber aus dem Goldröhrchen abzutreiben, was unter Durchleiten von Luft, durch schwaches Erwärmen rasch und mühelos erreicht werden kann. Fallweise wurde das Goldröhrchen auch mit Schwefelchromsäure gereinigt.

<sup>4)</sup> Wie weit diese Methode auch bei jodhaltigen Verbindungen brauchbare Hg-Werte liefert, ist nicht untersucht worden.

Tabelle I.

Substanz	Einwage in mg	gef. ccm N	ber. %N	gef. %N	$\Delta$ %N	gef. mg Hg	ber. %Hg	gef. %Hg	$\Delta$ %Hg
$\text{NH}_3\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2\text{C}_2\text{N}_3^1)$ HgCl <sub>2</sub>	2,435 5,423	0,656 (719 mm, 20 <sup>o</sup> C)	29,78	29,69	- 0,09	3,972	73,88	73,24	- 0,64
$\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{O}_2\text{N}_3 \cdot \text{HNO}_3^2)$ HgCl <sub>2</sub>	3,242 4,887	0,590 (719 mm, 20 <sup>o</sup> C)	20,00	20,06	+ 0,06	3,614	73,88	73,95	+ 0,07
$\text{C}_6\text{H}_5\text{NHOCCH}_3^3)$ HgO	4,535 4,212	0,421 (717 mm, 18 <sup>o</sup> C)	10,37	10,28	- 0,09	3,889	92,61	92,33	- 0,28
$\text{C}_6\text{H}_5\text{NHOCCH}_3^3)$ HgO	5,002 3,123	0,465 (716 mm, 17 <sup>o</sup> C)	10,37	10,31	- 0,06	2,885	92,61	92,38	- 0,23
$(\text{C}_4\text{H}_7\text{O})_2\text{NH}^4)$ HgSO <sub>4</sub>	5,433 5,450	0,444 (719 mm, 20 <sup>o</sup> C)	8,92	9,01	+ 0,09	3,625	66,63	66,51	- 0,12
$\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_3 \cdot \text{NO}_2^5)$ $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_7$ HgSO <sub>4</sub>	3,145 6,333	0,624 (720 mm, 20 <sup>o</sup> C)	21,93	21,91	- 0,02	4,233	66,63	66,84	+ 0,21
$\text{C}_2\text{N}_3(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{N}$ $\text{C}_2\text{N}_3(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{N}$ Hydrarg. salic.	1,797 6,482	0,489 (719 mm, 19 <sup>o</sup> C)	30,11	30,10	- 0,01				
$\text{NO}_2\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2\text{C}_2\text{N}_3^7)$ Hydrarg. salic.	3,101 5,343	0,716 (719 mm, 19 <sup>o</sup> C)	25,69	25,54	- 0,15	3,581	55,82	55,25	- 0,57
						2,964	55,82	55,47	- 0,35

1) p-Amidophenyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4, 2) p-Karboxylphenyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-nitrat. 3) Acetanilid.  
4) Diisobutylamid. 5) p-Nitrophenyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-pikrat. 6) p-Azophenyl-1-dimethyl 3, 5-triazol-1, 2, 4.  
7) p-Nitrophenyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4

Tabelle II.

Substanz	Einwage in mg	gef. ccm N	ber. %N	gef. %N	$\Delta$ %N	gef. mg Hg	ber. %Hg	gef. %Hg	$\Delta$ %Hg
$C_{11}H_{13}NO \cdot HgCl_2$ <sup>1)</sup>	6,181	0,186 (720 mm, 18°C)	3,14	3,34	+ 0,20	2,745	44,91	44,41	- 0,50
$C_{11}H_{13}NO \cdot HgCl_2$	8,926	0,263 (720 mm, 20°C)	3,14	3,25	+ 0,11	3,984	44,91	44,63	- 0,28
<i>o</i> - $C_{11}H_{13}N_3 \cdot HgCl_2$ <sup>2)</sup>	7,991	0,666 (719 mm, 18°C)	9,16	9,25	+ 0,09	3,475	43,74	43,49	- 0,25
<i>o</i> - $C_{11}H_{13}N_3 \cdot HgCl_2$	4,001	0,340 (719 mm, 19°C)	9,16	9,40	+ 0,24	1,761	43,74	44,01	+ 0,27
<i>m</i> - $C_{11}H_{13}N_3 \cdot HgCl_2$ <sup>3)</sup>	6,661	0,543 (719 mm, 19°C)	9,16	9,02	- 0,14	2,885	43,74	43,31	- 0,43
<i>m</i> - $C_{11}H_{13}N_3 \cdot HgCl_2$	3,896	0,329 (719 mm, 20°C)	9,16	9,31	+ 0,15	1,693	43,74	43,46	- 0,28
<i>m</i> - $C_{11}H_{13}N_3HCl \cdot HgCl_2$ <sup>4)</sup>	5,999	0,450 (720 mm, 20°C)	8,49	8,28	- 0,21	2,450	40,52	40,84	+ 0,32
<i>m</i> - $C_{11}H_{13}N_3HCl \cdot HgCl_2$ <sup>5)</sup>	4,321	0,333 (720 mm, 18°C)	8,49	8,56	+ 0,07	1,761	40,52	40,76	+ 0,24
<i>p</i> - $C_{11}H_{13}N_3 \cdot HgCl_2$ <sup>5)</sup>	6,776	0,568 (720 mm, 19°C)	9,16	9,28	+ 0,12	2,935	43,74	43,32	- 0,42
<i>p</i> - $C_{11}H_{13}N_3 \cdot HgCl_2$	5,586	0,474 (720 mm, 19°C)	9,16	9,40	+ 0,24	2,443	43,74	43,73	- 0,01
$(C_{11}H_{13}N_3)_3HgCl_2$ <sup>6)</sup>	7,002	0,691 (721 mm, 20°C)	10,75	10,91	+ 0,16	2,719	38,50	38,83	+ 0,33
$(C_{11}H_{13}H_3)_3HgCl_2$	4,296	0,419 (721 mm, 18°C)	10,75	10,85	+ 0,10	1,651	38,50	38,43	- 0,07

<sup>1)</sup> N-methyl-3,3-dimethyl-indolimonquecksilberchlorid. <sup>2)</sup> *o*-Tolyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-quecksilberchlorid. <sup>3)</sup> *m*-Tolyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-quecksilberchlorid. <sup>4)</sup> Salzaures *m*-Tolyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-quecksilberchlorid. <sup>5)</sup> *p*-Tolyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-quecksilberchlorid. <sup>6)</sup> *p*-Tolyl-1-dimethyl-3, 5-triazol-1, 2, 4-quecksilberchlorid-doppelsalz.

Es sei noch darauf hingewiesen, daß nach jeder Bestimmung die sich bei der Verbrennung bildende, schwer flüchtige, ölige Substanz aus dem Verbrennungsrohr durch entsprechendes Erhitzen ausgetrieben wurde; sie verbrennt mit stark leuchtender Flamme und färbt die Flamme des Bunsenbrenners grün.

Daß diese Methode der Quecksilberbestimmung — und das ist sicherlich ein gewisser Nachteil — ein reines und sehr genaues Arbeiten erfordert, daß jede Wägung unbedingt nur mit Berücksichtigung des Nullpunktes und eventueller Fehler des Gewichtssatzes ausgeführt werden muß, braucht wohl kaum erwähnt zu werden.

---