

wird mit Ammoniak neutralisiert und mit 800 mg KHF_2 versetzt. Nachdem sich der ausfallende Niederschlag wieder gelöst hat, werden 2–3 g Kaliumjodid zugegeben. Dann wird mit 0,1 n Thiosulfatlösung und Stärke als Indicator titriert. Nach Erreichen des Umschlages werden 10 ml 10%ige Kaliumthiocyanatlösung zugegeben, und die Titration wird zu Ende geführt. Jetzt werden 25 ml einer Aluminiumchloridlösung (mit 2,2 g Al und soviel freier Salzsäure, daß der pH -Wert etwa 1 beträgt) und etwas Na-Hydrogencarbonat zugesetzt. Nach einigen Minuten wird das Eisen mit 0,1 n Thiosulfatlösung bis zum Umschlag nach Farblos titriert. Die Standardabweichung beträgt für Kupfer 0,06% und für Eisen 0,2%.

¹ Talanta (London) 8, 532–534 (1961). Anal. Chem. Lab., State Univ., Utrecht (Holland).
H. ZIMMER

Silber. Für die photometrische Bestimmung von Silber eignet sich nach Untersuchungen von R. M. DAGNALL und T. S. WEST¹ Pyrogallolrot oder Dibrompyrogallolrot. Beide Reagentien bilden mit Silber einen gelben Komplex. Störungen durch andere Kationen werden durch Maskierung mit ÄDTA ausgeschaltet. — *Arbeitsvorschrift.* Man nimmt von der Probelösung einen aliquoten Teil (10 ml), gibt die Lösung in einen 100 ml-Meßkolben, fügt 1 ml 0,001 m Natriumnitratlösung, 0,5 ml 20%ige Natriumacetatlösung und 5 ml 0,0001 m Pyrogallolrotlösung hinzu (10,5 mg des Reagens werden in 125 ml absol. Alkohol gelöst und mit Wasser auf 250 ml aufgefüllt). Die Lösung bleibt bis zur Entwicklung des Farbkomplexes 90 min stehen. Dann wird auf 100 ml aufgefüllt und die Absorption gegen die Blindlösung bei 390 nm gemessen. Das Beersche Gesetz ist bis 85 $\mu\text{g Ag}/100$ ml erfüllt. Die Standardabweichung beträgt bei 32,4 $\mu\text{g Silber} \pm 1,8 \mu\text{g}$. Enthält die Probe noch andere Kationen — auch Erdalkalien stören die Bestimmung —, werden vorher in einem Teil der Probe die störenden Kationen mit ÄDTA in bekannter Weise bestimmt und die so ermittelte stöchiometrische Maskierungsmenge ÄDTA zu der für die Bestimmung des Silbers verwendeten Lösung hinzugegeben. Von den Anionen stören nur die Halide. Tageslicht beeinflußt die Farbe des Komplexes nicht. Die Methode ist der üblichen Dithizonmethode in der Handhabung und Reproduzierbarkeit überlegen. In gleicher Weise kann als Reagens Dibrompyrogallolrot verwendet werden. Nur wird dann die Messung bei 440 nm durchgeführt. Beide Reagentien sind im Handel erhältlich.

¹ Talanta (London) 8, 711–719 (1961). Chem. Dept., Univ. Birmingham (England).
H. SPECKER

S. V. SUBYANARAYANA und H. N. DAS GUPTA¹ bestimmen Silber *volumetrisch mit Kaliumjodid* unter Verwendung von Kaliumdichromat und Stärke als Indicator. — *Arbeitsweise.* Man löst eine erforderliche Menge der Probe in Salpetersäure (1:1), dampft bis zur Trockne ein, nimmt den Rückstand mit Wasser auf und verdünnt auf ein bekanntes Volumen. Ein aliquoter Teil dieser Lösung wird mit 20 ml Schwefelsäure (1:10), 1 ml 1%iger Kaliumdichromatlösung und 2 ml frisch hergestellter Stärkelösung versetzt und mit 0,1 m oder 0,01 m Kaliumjodidlösung (KJ gelöst in schwach ammoniakalischem Wasser, eingestellt gegen reinstes Silber) bis zum Auftreten der blauen Färbung titriert. Die Ergebnisse stimmen mit denen nach der Methode von VOLHARD gut überein. — Kupfer, Eisen, Zink oder Nickel stören die Bestimmung nicht. Blei im Verhältnis zu Silber bis 2:1 und Arsen(III) im Verhältnis zu Silber bis 1:2 stören ebenfalls nicht. Quecksilber(II) stört die Bestimmung.

¹ Indian J. appl. Chemistry 23, 209–211 (1960). Dept. Chemistry, Fuel and Metallurgy, Indian School Mines Appl. Geol., Dhanbad (Indien).

ANNEMARIE HOLLSTEIN