

elektrode auf, bei der die Reduktion zum Metall erfolgt. Im Bereich  $10^{-4}$ – $10^{-3}$  m Lösungen ist die Höhe der Diffusionsstromstufe dem Gehalt proportional. Die Diffusionsstromkonstante wird zu  $5,40 \pm 0,02$  angegeben.

<sup>1</sup> Jap. Analyst **10**, 603–606 (1961) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Dept. Chem., Fac. Sci., Osaka City Univ., Osaka (Japan). K. CRUSE

**Frühere Untersuchungen<sup>1</sup> zur Trennung des Zirkoniums vom Hafnium mit Tributylphosphat als Extraktionsmittel** setzen J. HURÉ, M. RASTOIX und R. SAINT-JAMES<sup>2</sup> fort. Sie bestimmen die chemischen Gleichgewichte, von denen die Trennung der beiden Elemente unter besonderer Berücksichtigung des Lösungsmittelinflusses abhängt. Die Verf. stellen die Bedingungen für die Phasenbildung eines Gemisches von Tributylphosphat, Verdünnungsmittel (technische Kohlenwasserstoffgemische) und Zirkonium fest. Es konnte eine Reaktion zwischen Tributylphosphat und Zirkonium nachgewiesen werden, die zur Bildung von Dibutylphosphat führt, das seinerseits einen Komplex mit Zirkonium bildet.

<sup>1</sup> HURÉ, J., M. RASTOIX u. R. SAINT-JAMES: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **25**, 1 (1961); vgl. diese Z. **188**, 123 (1962). — <sup>2</sup> Anal. chim. Acta (Amsterdam) **25**, 118–128 (1961). Centre d'études nucl. Saclay, Dépt. métall., Service A.R.C.A., Gif-sur-Yvette, Seine et Oise (Frankreich). S. ECKHARD

**Zur gravimetrischen Bestimmung von Phosphat** fällt D. FILIPOV<sup>1</sup> in einer Lösung, die 0,6–1,2 n an Salz- oder Schwefelsäure ist, gelbes Chinolinmolybdatophosphat aus und reduziert dieses mit Hydrazinsulfat zu einer blauvioletten Verbindung. Silicat- und Arsenationen stören. Kieselsäure wird in saurer Lösung ausgeschieden,  $\text{AsO}_4^{3-}$  kann mit KJ zu  $\text{AsO}_3^{3-}$  reduziert werden. — *Phosphatbestimmung in einem arsenhaltigen Eisenmineral*. Man löst 0,5–1 g der Probe mit 10 bis 12 ml Königswasser, erhitzt 10–15 min auf dem Sandbad, dampft ein, nimmt mit Salzsäure auf und dampft insgesamt 2–3 mal mit Salzsäure zur Trockne ein. Den Rückstand nimmt man unter Erwärmen mit 8–10 ml Salzsäure (D 1,19) und 20–30 ml Wasser auf, filtriert und wäscht 3–4 mal mit Wasser. Man kann aber auch die Lösung in Königswasser mit 6–8 ml Schwefelsäure (1:1) erhitzen. Wenn  $\text{SO}_3$ -Nebel auftreten, raucht man noch 1–2 min weiter ab, verdünnt nach dem Abkühlen mit 20–30 ml Wasser, erwärmt, filtriert und wäscht mit Wasser. Um  $\text{AsO}_4^{3-}$  zu reduzieren, gibt man 1 g KJ hinzu und entfärbt nach 1–2 min das ausgeschiedene Jod durch Zutropfen einer 10–30%igen Natriumsulfatlösung. Wenn die Mischung 2–3 min farblos geblieben ist, versetzt man sie mit 2 g Weinsäure und 10 ml 2%iger Hydrazinsulfatlösung, verdünnt auf 120 ml und gibt 20 ml 5%ige Ammoniummolybdat- und 30 ml 2%ige Chinolinhydrochloridlösung hinzu. Beim Erhitzen auf 90–100° C bildet sich das blaue Chinolinmolybdatophosphat. Nach dem Abkühlen auf 15–20° C filtriert man durch einen Glasfiltertiegel Nr. 4, wäscht 5–6 mal mit einer Lösung, die durch Verdünnen von 25 ml 2%iger Chinolinhydrochloridlösung auf 1000 ml erhalten wurde und trocknet bei 150° C zur Gewichtskonstanz. Der Faktor für die Umrechnung auf P ist 1/71,428.

<sup>1</sup> Dokl. bolgar. Akad. Nauk. **14**, 687–690 (1961).

G. DENK

**Arsen**. In einer vorläufigen Mitteilung berichtet K. ŠTUDLAR<sup>1</sup> über die *Extraktion von Arsen(V) aus schwefelsauren, Kaliumbromid enthaltenden Lösungen*. Aus einer 14–17 n schwefelsauren und 200 mg Kaliumbromid/25 ml enthaltenden Lösung lassen sich 100  $\mu\text{g}$   $\text{As}^{5+}$  quantitativ mit Tetrachlorkohlenstoff (25 ml) extrahieren. Aus der organischen Phase läßt sich das Arsen mit 25 ml Wasser reextrahieren und nach Neutralisation mit Natronlauge photometrisch über den