

(Skalenteile), I_z dasselbe für die Lösung mit Bariumzugabe, I_r Korrektur für Untergrund, als Mittel der Messung 1 und 4 genommen (Skalenteile).

¹ Ž. anal. Chim. 18, 329—332 (1963) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. Mineralogie, Geochemie, Kristallochemie seltener Elemente, Akad. Wiss. Moskva (UdSSR).

J. MALINOWSKI

Bei der spektrographischen Bestimmung von 0,003—1% Cadmium, Antimon und Zinn und von 0,009—3% Arsen, Zink, Wismut und Blei in Produkten des Kupferschmelzbetriebs, die etwa 32% Eisen, 18% Kupfer und 17% Kieselsäure als Hauptkomponente enthalten, bewährte sich nach N. KRASNOBAEVA und A. TAŠKOVA¹ Magnesiumoxid gut als Puffer. In Anwesenheit von MgO verflüchtigen sich die oben erwähnten Metalle praktisch gleichzeitig. Nach 60 min langem Brennen des Bogens sind sie völlig abdestilliert und lassen sich spektrographisch nicht mehr nachweisen. Die Proben werden zuerst im Muffelofen 3 Std bei 450°C geglüht und dabei die Gewichtsverluste registriert. Man vermischt dann 1 Teil der Probe mit 2 Teilen Magnesiumoxid und homogenisiert eingehend in einer Porzellanschale unter Zugabe von Alkohol. Die erhaltene Probe bringt man in den Krater der Elektrode vom Durchmesser 3,5 mm und der Tiefe von 5 mm. Das halbkugelige Ende der Gegenelektrode ist von der ersten 2 mm entfernt. Die Anregung erfolgt im Wechselstrombogen von 12 A. Bei einer Spaltbreite 10 μ ist die Expositionszeit 60 sec. Zur Bestimmung der einzelnen Elemente verwendet man folgende Linien: As 2349,84, Cd 2361,057, Zn 3282,333, Bi 2897,975, Sb 2877,915, Pb 2663,166 und 2393,794, Sn 2839,989 Å. Diese Schnellmethode ermöglicht die Bestimmung mit einem relativen Fehler von durchschnittlich 10%.

¹ Dokl. bolgar. Akad. Nauk 17, 917—920 (1964) [Russisch].

M. BARTUŠEK

Die spektralanalytische Bestimmung von Beimengungen in hochreinem Lanthanoxid nach chromatographischer Anreicherung beschreiben V. L. KUSTAS, G. V. LAZEBNAJA und M. K. ZAGORSKAJA¹. Es werden *Praseodym*, *Neodym*, *Samarium* und *Cer* bestimmt. Grundlage der Anreicherungs-methode ist die Tatsache, daß von den Verbindungen der obengenannten Elemente mit ÄDTA die von Lanthan am wenigsten beständig ist. Die Probe (als 2%ige Chloridlösung, pH 4) wird an einer Ionenaustauscherkolonne (Kationenaustauscher KU-2, Ammoniumform) adsorbiert; beim Eluieren mit einer 0,5%igen ÄDTA-Lösung (pH 4,2) werden zuerst Sm, Nd, Pr und Ce ausgewaschen und nachher La. Die Trennung von Zonen der vier ersten Elemente ist nicht nötig. Die Fraktionen werden gesammelt und spektrographisch analysiert. Pr, Nd und Sm werden hauptsächlich in den ersten 3—4 Fraktionen angereichert, Ce in ersten 10—12 Fraktionen. — Großer Diffraktionsspektrograph DFS-3 (Gitter mit 1200 Str/mm), 8 A Gleichstrombogen, Expositionszeit 35 sec, Kohlenelektroden mit 3%iger Polystyrollösung in Benzol imprägniert. Analytische Linien: Pr 4222,98, Nd 4232,38, Sm 4236,74, Ce 4222,6 Å; alle gegen die La-Linie 4229,18 gemessen. Bestimmungsgrenzen etwa $1 \cdot 10^{-2}$ bis $2 \cdot 10^{-3}$ %, relativer Analysenfehler $\pm 4-6$ %, Analysendauer 20 Std.

¹ Ž. anal. Chim. 18, 99—102 (1963) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) J. MALINOWSKI

Eine Extraktions-photometrische Bestimmung kleiner Indiummengen in zinnhaltigen Materialien beschreiben I. S. LEVIN und T. G. AZARENKO¹. — *Ausführung*. 0,1—2 g Probe werden im Korundtiegel bei 650—700°C mit 6—7-fachem Überschuß an Natriumperoxid in Anwesenheit von 0,1—0,2 g Magnesiumoxid aufgeschlossen. Aufschlußzeit: 6—8 min bei 650—700°C. Nach Abkühlen wird der Tiegel in einem Becherglas mit 60—70 ml Wasser ausgelaugt; nach dem Lösen des Tiegelinhaltes wird die Lösung filtriert und der Niederschlag mit einer 1—2%igen ammoniak-

haltigen Ammoniumsulfatlösung nachgewaschen. Der Niederschlag wird vom Filter in dasselbe Becherglas mit 20–30 ml 3–4 n Schwefelsäure zurückgewaschen und bis zum vollständigen Lösen erhitzt. Jetzt wird die Lösung in einen 100-ml-Scheidetrichter übergeführt und mit 0,1–0,2 g Ascorbinsäure versetzt bis zum Erhalt einer nur schwachen Rosafärbung mit Rhodanid auf dem Tüpfelpapier. Nach Zugabe eines gleichen Volumens von Extrahent (I) wird der Scheidetrichterinhalt 1–1,5 min lang geschüttelt. Tritt Emulsionsbildung bei der Phasentrennung auf, fügt man 8–10 ml 0,5 n NH_4F -Lösung zu. Nach der Trennung wird die organische Phase 2mal mit je 7–10 ml 1 n Schwefelsäure nachgewaschen und nachher 3mal mit je 2 ml Bromwasserstoffsäure (5:1) reextrahiert. Die Reextrakte werden in einem 25 ml-Meßkolben mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Ein aliquoter Teil, welcher 1–10 μg Indium enthält, wird in einen Scheidetrichter übergeführt, mit 1 ml 1%iger Rhodamin-J Lösung, 10 ml Schwefelsäure (1:1), 0,1 g Ascorbinsäure, 10 ml thiophenfreiem Benzol und einigen Tropfen einer frisch bereiteten Titan(III)-sulfatlösung versetzt und 1 min lang extrahiert. Die organische Phase wird bei Schichtdicke 2 cm im Photocolorimeter FEK-N-57 mit Filter Nr. 5 photometriert. — *Extrahent* (I). In einem 600 ml-Becherglas werden 150 ml 2-Äthyl-Hexyl-, Isooctyl- oder Caprylalkohol und 150 ml Lösungsmittel (Octan) gemischt. Beim Mischen werden 70–75 g Phosphorpentoxid zugegeben. Die Temperatur soll 70–75°C nicht übersteigen. Die Synthese dauert 1,5–2 Std. Nach dem Abkühlen wird mit demselben Lösungsmittel (Octan) im Verhältnis 1:1,5 versetzt und mit Wasser und Schwefelsäure zur Entfernung der Phosphationen gewaschen.

¹ Zavodskaja Laborat. 28, 1313–1316 (1962) [Russisch].

J. MALINOWSKI

Zur polarographischen Bestimmung von freiem Schwefel in Bithionol eignet sich nach A. SUGII und Y. KABASAWA¹ die Oxydationsstufe in Dioxan-Pyridin-Salzsäure-Wasser (40:5:5:50) als Grundlösung. Die Auswertung kann mit Hilfe einer Eichkurve oder nach der Zusatzmethode erfolgen. In einem Handelsprodukt betrug der Gehalt an freiem Schwefel 0,3%.

¹ Jap. Analyst 13, 336–339 (1964) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Pharmaz. Inst., Nihon Univ., Chiyoda-ku, Tokyo (Japan).

H. GARSCHAGEN

Für die spektrophotometrische Bestimmung der Glycyrrhizinsäure in Süßholz-extrakt schlägt R. H. CUNDIFF¹ folgendes *Verfahren* vor, bei dem durch Hydrolyse zuerst das Aglykon Glycyrrhetinsäure gebildet und dieses dann bestimmt wird: 0,1 g des Analysenmaterials, genau gewogen, erhitzt man in einem 250 ml-Erlenmeyer-Kolben mit 20 ml 50%iger (v/v) Dioxanlösung unter Rückfluß bis zur Lösung; dann gibt man durch den Kühler 20 ml 12 n Schwefelsäure zu, erhitzt 1 Std lang zum Sieden, gibt durch den Kühler 70 ml Wasser und 100 ml Chloroform (Clf) zu und hält weitere 15 min im Sieden. Nach dem Abkühlen überführt man den Inhalt des Kolbens in einen Schütteltrichter, schüttelt kräftig durch und läßt die Clf-Phase in einen zweiten, mit 100 ml 2%iger Natriumhydrogencarbonatlösung beschickten Schütteltrichter ab. Nach starkem Umschütteln läßt man die organische Phase durch ein Chromatographierrohr mit 25 g wasserfreiem Natriumsulfat in einen 200 ml-Meßkolben laufen. Man wiederholt das Ausschütteln der Bicarbonatlösung mit 75 ml, dann mit 25 ml Clf, sammelt auch diese Auszüge in dem Meßkolben und füllt ihn mit Clf zur Marke auf. Nun pipettiert man 4 ml der Clf-Verdünnung in ein 20 × 200 mm großes Reagensglas, beschickt ein zweites Glas mit 4 ml reinem Clf als Leeransatz, gibt in jedes Glas ein Siedesteinchen und evakuiert die Gläser im Wasserbad zur Trockne, indem man die letzten Clf-Reste durch Einleiten eines Stickstoffstroms entfernt. Dann gibt man zu den Rückständen je 5 ml 80%ige