

**Die coulometrische Titration von Gesamtarsen und Arsen(III) in Gläsern** führen W. M. WISE und J. P. WILLIAMS [1] so aus, daß zunächst das Gesamtarsen mit Jodid zu Arsen(III) reduziert, freies Jod und Antimon durch einen Ionenaustauscher entfernt und darauf die im Eluat vorhandenen Arsen(III)-ionen coulometrisch titriert werden. Bei der Bestimmung des Arsen(III)-Gehaltes der Gläser wird genauso verfahren, jedoch ohne in der Probe vorhandenes Arsen(V) zu reduzieren. — *Arbeitsvorschriften*. 1. *Bestimmung des Gesamtarsens*. Von der pulverisierten Probe, die 0,05–1%  $\text{As}_2\text{O}_5$  enthalten kann, werden etwa 0,1 g in einen Platintiegel eingewogen. Die Einwaage wird mit 5 mg Kaliumjodid, 2,0 ml 6 m Salzsäure, 1,0 ml 5,8 m Jodwasserstoffsäure und 2,0 ml 14 m Flußsäure versetzt und die Mischung bis zur völligen Auflösung der Probe geschwenkt. Dann setzt man 3 ml 6 m Salzsäure hinzu, läßt die Lösung 15 min stehen und gibt darauf 5 ml Wasser und 1 g Borax hinzu. Sobald eine klare Lösung entstanden ist, wird sie auf eine mit Dowex 3 gefüllte Austauschersäule aufgegeben. (Das Austauscherharz hat eine längere Vorbehandlung zu erfahren, die in der Originalarbeit beschrieben ist.) Die Säule wird mit 3 ml-Portionen einer salzsauren Boraxlösung eluiert, die in 1500 ml 30 g  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  und 140 ml konz. Salzsäure enthält. Die Laufgeschwindigkeit soll 6 ml/min betragen. Das Eluat, etwa 50 ml, wird in einem eisgekühlten Becherglas aufgefangen, das eine gerührte Mischung von 1 g Natriumtartrat, 3 ml Wasser und etwa 6 ml 19 m Natronlauge enthält. Es wird empfohlen, die Spitze der Austauschersäule in die Pufferlösung eintauchen zu lassen. Nach beendeter Eluierung soll das pH der zu titrierenden Lösung zwischen 7 und 8 liegen. — 2. *Bestimmung von Arsen(III)*. Es wird in gleicher Weise wie unter 1. verfahren, jedoch die Probe ohne den Zusatz von Kaliumjodid und Jodwasserstoffsäure gelöst. — Die *coulometrischen Bestimmungen* erfolgen nach dem von W. D. COOKE, C. N. REILLEY und N. H. FURMAN [2] beschriebenen Verfahren mit amperometrischer Indizierung des Titrationsendpunkts an zwei mit  $-0,15\text{ V}$  polarisierten Platinelektroden. Die Analysenergebnisse von 6 NBS-Proben stimmen gut mit den Ergebnissen überein, die röntgenspektrometrisch und spektralphotometrisch erhalten wurden.

[1] Anal. Chem. **36**, 19–21 (1964). Glass Res. and Devel., Corning Glass Works, Corning, N. Y. (USA). — [2] Anal. Chem. **23**, 1662 (1951); vgl. diese Z. **137**, 370 (1952/53).  
H. MONIEN

**Die Abtrennung von trägerfreiem Zirkonium von Yttriumoxid** beschreiben S. FORSBERG, L. WAHLMAN und W. FORSLING [1].  $^{89}\text{Zr}$  wird aus der Reaktion  $^{89}\text{Y}(d,2n)^{89}\text{Zr}$  erhalten. Die Bestrahlung erfolgt mit einem 225 cm-Cyclotron. Das Yttriumoxid wird in 150 ml heißer konz. Salzsäure gelöst und die kalte Lösung mit HCl-Gas gesättigt. Eine Austauschersäule ( $5 \times 100\text{ mm}$ ) wird mit Dowex 1 X 8 (100–200 mesh) gefüllt und mit HCl-gesätt. Salzsäure behandelt. Die Lösung wird auf die Säule gegeben und das Yttrium mit HCl-gesätt. Salzsäure eluiert. Anschließend wäscht man das trägerfreie Zirkon-89 mit 30 ml sehr reiner 4 n Salzsäure aus.

[1] Ark. Kemi **23**, 269–270 (1965). Res. Inst. Physics, Stockholm 50 (Schweden).  
E. SCHUSTER

**Zur Stickstoffbestimmung in Uran-Plutoniumdioxiden** haben V. M. SINCLAIR, W. DAVIES und K. R. MELHUISH [1] massenspektrometrische und chemische Verfahren untersucht und dabei ein besonderes chemisches Verfahren für Routineanalysen entwickelt, nach welchem das Oxid in einem Gemisch aus gleichen Mengen 9 m Schwefelsäure und konz. Phosphorsäure innerhalb von 5–45 min gelöst wird, das entstandene Ammoniak in Gegenwart von Devarda-Legierung abdestilliert