

früher beschrieben² verbrannt. 10–12 min nach der Verbrennung wird die Elektrolyse durchgeführt. Wählt man den Strom von 30 mA, entspricht 1 sec 0,31338 μg Wasserstoff. Kohlenstoff wird titrimetrisch bestimmt. Als Beispiel wird die Analyse von *Saccharose* und *Naphthalin* angegeben. Die Analysendauer ist 30–35 min. Die coulometrische Wasserbestimmung ermöglicht eine Automatisierung der Elementaranalyse. Zur coulometrischen Wasserbestimmung wurden die elektrolytischen Zellen nach F. A. KEIDEL³ mit P_2O_5 -Film angewendet.

¹ Ž. anal. Chim. **18**, 412–413 (1963) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Zelinskij Inst. f. organ. Chemie, Akad. Wiss. d. UdSSR, Moskau. — ² KLIMOVA, V. A., u. T. A. ANTIPOVA: Ž. anal. Chim. **16**, 465 (1961); vgl. diese Z. **188**, 56 (1962). — ³ Analyt. Chemistry **31**, 2043 (1959); vgl. diese Z. **177**, 123 (1960). J. GASPARIČ

Eine schnelle Mikrobestimmung von Uran bei der Mikroanalyse von Kohlenstoff und Wasserstoff beschreibt M. K. DŽAMALETDINOVA¹. 3–5 mg Probe (organisches Uranyl-salz) werden in einem kleinen Quarzgefäß in der üblichen Weise nach KORŠUN² im Quarzrohr im Sauerstoffstrom von 35–40 ml/min verbrannt, Kohlendioxid und Wasser werden absorbiert und gewogen. Uran bleibt dabei als nichtflüchtige Asche in Form von reinem U_3O_8 zurück und wird als solches gewogen. Die Analyse dauert 35–50 min. *Uranylacetat, -nitrat und Calciumuranyl-succinat* (verascht und gewogen als Calciumuranat) wurden nach diesem Verfahren analysiert. Der absolute Fehler der C-Bestimmung war höchstens 0,07%, der H-Bestimmung 0,17% und der U-Bestimmung 0,23%.

¹ Zavodskaja Laborat. **29**, 1175–1176 (1963) [Russisch]. Inst. f. Chemie, Akad. Wiss. der Kazakischen Republik (UdSSR). — ² KORŠUN, M. O., u. N. E. GELMAN: Neue Methoden der Mikroelementaranalyse (russisch). Goschimizdat (1949).

M. BARTUŠEK

Silicium in organischen Siliciumverbindungen einschließlich der Alkoxysilane bestimmen A. P. KRĚŠKOV, L. V. MYŠLJAJEVA und V. V. KRASNOŠČEKOV¹ indem sie Si in H_2SiF_6 überführen. Diese bildet in wasserfreiem Medium ein kristallinisches Aditionsprodukt mit Benzidin, das alkalimetrisch titriert werden kann. Die Fluorwasserstoffsäure bildet diesen Niederschlag nicht. Wird $\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ mit einem bekannten Fluorwasserstoffsäureüberschuß behandelt, kann nach der Abtrennung des Additionsproduktes mit Benzidin der Gehalt an Silicium aus der Differenz alkalimetrisch indirekt ermittelt werden. — *Direkte Bestimmung*. In ein 150 bis 200 ml-Polyäthylengefäß werden zu 10 ml der 0,3 n äthanolischen Lösung von HF 0,03–0,05 g Probe und nach 2 min 10 ml 1%ige Benzidinlösung in Äthanol zugegeben. Der Niederschlag wird abfiltriert, mit Äthanol gewaschen, in 150 ml heißem Wasser aufgelöst und die H_2SiF_6 mit 0,1 n Kalilauge gegen Phenolphthalein titriert. Parallel wird eine Blindlösung behandelt. Das Verfahren ist auch für die Bestimmung von Silicium in polymeren organischen Siliciumverbindungen anwendbar.

¹ Zavodskaja Laborat. **29**, 924–926 (1963) [Russisch].

L. SOMMER

Eine Methode zur Mikrobestimmung von Diazostickstoff beschreiben N. KUNIMINE, H. UGAJIN und M. NAKAMARU¹. Als Apparatur wird die zur Mikro-Dumas-Bestimmung übliche Anordnung verwendet, welche mit einer leeren Verbrennungsröhre ausgerüstet ist. Die Probe wird in ein Platinschiffchen eingewogen, mit Kupfer(I)-oxidpulver versetzt und mit konz. Salzsäure, welche aus einer kleinen Glasampulle zugegeben wird, überschichtet. Die Zersetzung der Diazoniumverbindungen erfolgt bei 200°C im Kohlendioxidstrom, wobei der entstehende Stickstoff im Azotometer aufgefangen wird. Bei Serienanalysen werden wechselweise zwei Azotometer verwendet. Andere Stickstoffverbindungen entwickeln unter den angegebenen