

Zur Schwefelbestimmung in Sulfiden von Thorium und Titan verwenden G. N. DUBROVSKAJA und I. N. GODOVANNAJA [1] die *Verbrennungsmethode*. Im Sauerstoffstrom bleibt TiS_2 bis zu 300°C unverändert, die Verbrennung erfolgt erst bei höheren Temperaturen; nach 20–25 min bei $1200\text{--}1250^\circ\text{C}$ ist sie vollständig. Titan wird dabei quantitativ zu Titandioxid verbrannt. Die Verbrennung von Thoriumsulfiden beginnt ab 500°C , $\text{ThS}_{1,7}$ ist vollständig nach 50 min bei $1200\text{--}1300^\circ\text{C}$ und ThS_2 nach 60 min bei $1300\text{--}1350^\circ\text{C}$ verbrannt, nach Zugabe von Kupferoxid wird die notwendige Temperatur auf $1000\text{--}1100^\circ\text{C}$ erniedrigt. — *Methode*. 0,1 g pulverisiertes Sulfid (270 mesh) vermischt man im Porzellanschiffchen mit pulverförmigem Kupferoxid. Man erhitzt den Ofen auf $1000\text{--}1100^\circ\text{C}$, gibt in das Absorptionsgefäß 75–100 ml 3%ige Wasserstoffperoxidlösung mit einigen Tropfen der Indicatorlösung (0,125 g Methylrot und 0,085 g Methylblau in 100 ml Äthylalkohol) und leitet einen schwachen Sauerstoffstrom durch. Das Schiffchen mit der Probe ist noch nicht erhitzt, das durchperlende Gas ändert die Indicatorfärbung nicht. Nachher verschiebt man die Probe in den heißesten Teil des Ofens. Das durch Verbrennung entstandene Schwefeldioxid wird in Wasserstoffperoxidlösung absorbiert und zu Schwefelsäure oxydiert, die grüne Farbe des Indicators wird rotviolett. Die Schwefelsäure titriert man mit 0,1 n Natronlauge. Wenn keine weitere Bildung von Säure eintritt, ist die Verbrennung beendet. Den Schwefelgehalt berechnet man nach dem Natronlaugeverbrauch. Titan- und Thoriumsulfide und auch Ti-S-Legierungen mit 22–41% S wurden nach diesem Verfahren analysiert, die mittleren quadratischen Abweichungen waren 0,04–0,1%, der relative Fehler höchstens 0,4%. Die Metalle in solchen Verbindungen lassen sich entweder gravimetrisch nach Verbrennung zu Dioxid oder chelatometrisch [2] nach Lösen im Gemisch von Salpeter- und Flußsäure bestimmen.

[1] *Ž. anal. Chim.* **19**, 993–996 (1964) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. Metallkeramik und spezielle Legierungen, Akad. Wiss. Ukrain. SSR, Kiev (UdSSR). —

[2] ŠEKA, Z. A., u. E. I. SINJAVSKAJA: *Ž. anal. Chim.* **18**, 460 (1963); vgl. diese Z. **210**, 376 (1965).
M. BARTUŠEK

Die Verwendung einer feststehenden Standardkurve für die spektralanalytische Bestimmung von Beimengungen in Galliumarsenid schlagen N. G. KARPEL und V. V. ŠAPAROVA [1] vor. Dieses Verfahren ist für Spurenbestimmungen in reinen Stoffen, besonders wenn sie vor der Analyse gelöst oder gepulvert werden, der üblichen Eichprobenmethode überlegen und deshalb vorzuziehen. Denn beim wiederholten Photographieren des Spektrums von Eichproben stellt man nur Veränderungen der Beschaffenheiten der photographischen Platte und in der Arbeitsweise der Anordnung fest, aber für die Berücksichtigung zufälliger Einflüsse ist die Benutzung von 2–3 Eichproben wenig geeignet. Die Verbesserung der Wiederholbarkeit kann nur durch Mittelung einer größeren Anzahl von Parallelbestimmungen erzielt werden, was oft bei kleinen Probenmengen nicht durchführbar ist. Nach Ansicht der Verf. kann man bessere Ergebnisse erhalten, wenn man konstante Schaubilder verwendet, die auf Grund von mehreren parallelen Messungen aufgestellt sind. Das Verfahren in Gestalt von Nomogrammen benutzten sie zur *Bestimmung von Ti, Pb, Sn, Fe, Al* unter $10^{-4}\%$ und von *Si, Mg, Mn, Cu bis $10^{-5}\%$ in GaAs*. Der quadratische Fehler ist 30–40% relativ. GaAs-Proben wurden mit einem Ätzmischung gereinigt, gepulvert, im Verhältnis 1:1 mit Kohlenpulver vermischt und im Krater der Kohlenstoffelektrode (8mm) mit Hilfe eines Gleichstrombogens angeregt (10A). *Analytische Linien* (in Å): Si 2514,33; Mg 2802,70; Pb 2833,069; Sn 2839,99; Fe 3020,64; Al 3082,15; Ti 3234, 516; Cu 3247,54; Mn 2794, 82; Ga I 3058,7; II 2987,58; III 3015,5. Die Aufstellung der konstanten Eichnomogramme erfolgte analog nach