

(0,2—0,005%) löst man 1—5 g Substanz in dem Kolben teilweise, anfangs unter Wasserkühlung, gegen Ende unter Erwärmen, in 20—60 ml Salpetersäure (1 + 1). Dann fügt man etwa 0,5 g Quarz und zur Maskierung des Eisens 15 ml Schwefelsäure-Phosphorsäuremischung [1 Teil H_2SO_4 (1,84) + 2 Teile H_3PO_4 (1,70)] hinzu. Die Zerstörung des Nitrats erfolgt nun durch Zugabe von 98—100%iger Ameisensäure in Mengen von je 5 Tropfen fast bei Siedetemperatur, bis keine braunen Dämpfe mehr entweichen. Nach dem Abkühlen unter 30° C versetzt man mit 10 ml 80%iger $ZnCl_2$ -Lösung, 10 ml konz. Salzsäure, 1 g KBr und für je 1 g Probegut mit 1 g Hydrazinsulfat und destilliert $AsCl_3$ in eine Vorlage mit 10 ml Wasser, die außen mit Wasser gekühlt ist. Die Destillation ist beendet, wenn die Temperatur im Destillationsgefäß 135° C anzeigt. Nun versetzt man das Destillat mit 10 ml Salzsäure und titriert das $AsCl_3$ potentiometrisch mit 0,01—0,02 n $KBrO_3$ -Lösung unter Verwendung einer Platin- und einer gesättigten Kalomelektrode. Eine Blindprobe ist meist nicht erforderlich. Salpetersäurebeständige Stähle löst man teilweise in 75 ml Königswasser und verkocht die überschüssige Salzsäure anschließend mit Hilfe von 15 ml Mixchsäure.

HILDEGARD PLUSKAL

Über die flammenphotometrische Lithiumbestimmung in einer Magnesium-Lithium-Zink-Legierung mittels ultrarotempfindlicher Selenzellen berichten H. J. ALLSOPP und P. M. WINGFIELD¹. Die Probe wird in 50 ml 20 n Schwefelsäure gelöst und auf 1 l aufgefüllt. Von dieser Lösung wird soviel in einen 50 ml-Meßkolben gegeben, daß ungefähr 5 mg Lithium darin enthalten sind. Hierzu werden 5 ml einer Kaliumsulfatlösung (0,5 mg K/ml) als Referenzelement gegeben und auf 50 ml aufgefüllt. Diese Lösung wird zerstäubt und in einer Leuchtgas-Luft-Flamme angeregt. Die Verf. benutzen einen Méker-Brenner aus nichtrostendem Stahl. Das Licht von der Flamme wird über je einen Kondensator, an dem eine Irisblende vorgesehen ist, durch Flüssigkeitsfilter auf die beiden ultrarotempfindlichen Selenzellen geführt. (Flüssigkeitsfilter: Für Kalium: Je 1 cm Schichtdicke von 2%iger wäßriger Kaliumdichromatlösung und 0,02%iger Lösung von Anilinblau in 95%igem Äthylalkohol; Lithium: Je 1 cm Schichtdicke von 0,2%iger wäßriger Lösung von Rhodamin B und 1%iger Kupfer(II)-chloridlösung in 8 n Salzsäure.) Das Intensitätsverhältnis beider Elemente wird durch Abgleichen mit einem Potentiometer nach einer Nullmethode gemessen. Die Verf. beschreiben die Überwindung kleinerer apparativer Schwierigkeiten und teilen mit, daß Änderungen in der Acidität der Probenlösungen bis zu 4 n, sowie Schwankungen im Magnesium- und Zinkgehalt bis zu 4 g/l keinen wesentlichen Einfluß haben.

F. ROSENDAHL

Die mikroheterometrische Bestimmung von Spuren Zink in Lösungen und Legierungen mit Natrium-Diäthylthiocarbaminat wird von M. BOBTELSKY und R. RAFAILOFF² nach der früher³ von ihnen beschriebenen heterometrischen Methode durchgeführt. Bei Verwendung eines blauen Filters steigen die maximalen Dichtewerte auf das Doppelte. Zink kann in essigsaurer Lösung oder Natriumacetatlösung bestimmt werden, wobei als Komplexbildner Alkalitartrat bzw. salicylsaures Natrium nicht stören. Bei Anwesenheit fremder Ionen können direkte Titrationen nur bei Gegenwart von Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Al^{3+} , Mg^{2+} , Cr^{3+} und Mn^{2+} durchgeführt werden. Bei Mn^{2+} ist ein Überschuß an K-Tartrat erforderlich. Fe^{3+} kann durch ammoniakalische Citrat- oder Tartratlösungen nicht maskiert werden. In 20 ml

¹ Metallurgia (Manchester) 54, 255—259 (1956). Royal Aircraft Establ., Farnborough (England).

² Anal. chim. Acta (Amsterdam) 15, 457—464 (1956). Univ. Jerusalem (Israel).

³ BOBTELSKY, M., u. Mitarb.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) 14, 558; 15, 62, 164 (1956); vgl. diese Z. 155, 351, 383—384, 458 (1957), wo auch weitere Literatur angegeben ist.