

Über die Bestimmung von freiem Kalk in gebranntem Kalk und in Silicatprodukten (Zementen usw.) durch Extraktion mit nichtwäßrigen Lösungsmitteln berichten M. R. VERMA, V. M. BHUCHAR, K. J. THERATTIL und S. S. SHARMA¹. Als Lösungsmittel werden Glycerin, Äthylenglykol und Phenol verwendet, die Calciumbestimmung wird maßanalytisch durchgeführt. — *Arbeitsweise.* Zur Extraktion mit Glycerin wird der frisch gebrannte Kalk (50—200 mg) in einen Erlenmeyer-Schliffkolben übergeführt, der 10 ml wasserfreies Glycerin enthält. Man fügt noch 40 ml Glycerin hinzu, verstopft den Kolben, läßt das Gemisch über Nacht stehen und erhitzt anschließend 6—9 Std auf kochendem Wasserbad, bis eine klare Lösung erhalten wird (größere Kalkstückchen werden mit einem Glasstab zerstoßen). Um zu verhindern, daß Luftfeuchtigkeit in den Kolben eindringt, wird ein Kühler mit angeschlossenem Chlorcalciumrohr aufgesetzt. Die erhaltene Lösung wird abgekühlt und in einem Meßkolben (250 oder 500 ml) mit neutralisiertem Äthanol zur Marke aufgefüllt (der Alkohol soll über Kalk destilliert und mit wasserfreiem Kupfersulfat getrocknet werden). — Extraktion mit Äthylenglykol bzw. Phenol. Die frisch gebrannte Kalkprobe wird in einen Erlenmeyer-Kolben eingebracht, der etwa 10 ml wasserfreies Äthylenglykol bzw. 10 ml eines Gemisches aus Phenol und Äthanol (1 : 1) enthält. Man gibt noch 40 ml Äthylenglykol bzw. Phenol-Äthanol-Gemisch zu, erhitzt 30—60 min auf kochendem Wasserbad, kühlt ab und füllt im Meßkolben mit neutralisiertem Äthylalkohol zur Marke auf. — Zur Calciumtitration werden aliquote Teile der erhaltenen Extrakte mit Äthanol verdünnt und mit 0,05 n äthanolischer Salzsäure titriert. Der Titrationsendpunkt wird entweder potentiometrisch oder durch visuelle Indication ermittelt. Als Indicatoren werden 0,1% ige wäßrige Lösungen von Alizarin S (für Glycerin- und Äthylenglykolextrakte) oder Bromkresolgrün (für Äthylenglykolextrakte) bzw. ein Indicatorgemisch der 0,1% igen Lösungen von Methylrot und Methylenblau (für Phenolextrakte) verwendet. Bei der Titration von Äthylenglykolextrakten nach der Indicatorenmethode muß das Verhältnis Äthanol : Äthylenglykol in der Testlösung zwischen 2 : 1 und 4 : 1 liegen, um einen guten Farbumschlag zu erhalten. — Der CaO-Gehalt in den erhaltenen Extrakten kann auch komplexometrisch mit eingestellter ÄDTA-Lösung unter Verwendung von Eriochromschwarz T als Indicator ohne Schwierigkeiten bestimmt werden. Ein Vergleich zwischen den Ergebnissen der einzelnen Methoden zeigt gute Übereinstimmung der erhaltenen Werte.

¹ Analyst 83, 160—168 (1958). Nat. Physic. Lab., New Delhi (Indien).

K. MACHNER

Die spektrochemische Bestimmung von Bor in Graphit, der wegen der Verwendung von hochgereinigtem Graphit als Moderators substanz im Reaktorbau und wegen des hohen Absorptionsquerschnitts von Bor für thermische Neutronen besondere Bedeutung zukommt, behandelt E. GOLLING¹. Bei den als Analysenmaterial anfallenden schon sehr reinen Graphitsorten mit Borgehalten unter $10^{-4}\%$ ist ein Anreicherungsverfahren unerläßlich. Bei einfachem Verbrennen des Graphits werden die darin enthaltenen geringen Bormengen augenscheinlich thermisch mitgerissen. Verf. setzt deshalb zu 10 g pulverisiertem Graphit 5 ml gesättigte $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung zu, so daß die beim Verbrennen (800°C) entstehende Asche von dem sich bildenden CaO bzw. CaCO_3 zurückgehalten wird. Zur Analyse wird 1 mg des Glührückstandes mit 10 mg borfreiem Kohlepulver verdünnt und in vorgeformten Graphitelektroden im Gleichstrombogen von 220 V, 9 Amp. angeregt. Analysenlinien sind B 2497 Å und 2498 Å. Als Bezugsintensität wird die des Untergrundes beiderseits der Linien verwendet. Mit Hilfe synthetisierter Standardproben wurden Eichkurven aufgenommen, die sehr gut durch Meßpunkte belegt sind. Die Auswertung erfolgt in üblicher Weise. Bei einer Reproduzierbarkeit des Verfahrens von $\pm 15\%$ gibt der Verf. für die Analysengenauigkeit einen Fehlerfaktor von 2 ± 1 an.