

höchsten der Trennsäule gehalten. Die Nulliniendrift beträgt bei dieser Anordnung nur ungefähr 0,05 mV/40 min. Einige Abbildungen geben Beispiele ausgeführter Analysen wieder.

¹ Jap. Analyst 8, 699—703 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Tokyo Metropolitan Univ., Yanagimoto Co., Ltd. D. JENTZSCH

Eine Apparatur zur laufenden automatischen Bestimmung von Stickoxyd im Generatorgas, von dem bereits ein Gehalt von 1—2 mg/m³ bei Synthesen stören kann, wird von J. PIERRAIN¹ beschrieben. Das Stickoxyd wird durch elektrolytisch entwickelten Sauerstoff zu NO₂ oxydiert, welches sich mit Wasser zu HNO₂ + HNO₃ umsetzt. Die entstandene salpetrige Säure wird mit Sulfanilsäure und α -Naphthylamin colorimetrisch bestimmt. Bei der Apparatur, die im Original an Hand von 9 Abbildungen ausführlich beschrieben ist, werden das Gas und die Reagenslösung mit einer Pumpe angesaugt. Im Elektrolysegefäß wird dann NO mit naszierendem Sauerstoff aus einer Elektrolyse 5%iger Phosphorsäure oxydiert und anschließend wird der Gehalt an HNO₂ laufend colorimetrisch gemessen gegen die Reagenslösung als Vergleichsflüssigkeit. — Zur Darstellung der Reagenslösung mischt man kurz vor Gebrauch 100 ml einer Lösung von Naphthylaminchlorhydrat (1 g/l) mit 100 ml einer Lösung von Sulfanilsäure (4 g/l), 10 ml Essigsäure und 2—3 ml eines Detergents (z. B. Teepol) und verdünnt zum Liter.

¹ Chim. analytique 41, 477—485 (1959). Dép. Contrôle Rech. Société Finalens (Frankreich). G. DENK

Eine Methode zur Bestimmung von Öl-Aerosolen, die noch 1 μ g Öl je Liter Luft zu bestimmen gestattet, beschreiben C. A. PARKER und W. J. BARNES¹. Man bringt die Proben durch Einstrahlung von UV-Licht (< 303 nm) zum Fluorescieren, nachdem sie auf Filterpapier gesammelt und von diesem durch Extraktion mit Cyclohexan abgelöst worden sind. Die Einzelheiten sind im Original beschrieben. Die Verf. geben die Anwendung ihrer Methode auf die Bestimmung von Pumpen-, Auto-, Motorrad- und Fahrradölen in Luft an.

¹ Analyst 85, 3—8 (1960). Admiralty Mat. Lab., Holton Heath, Poole, Dorset (England). KLAUS BRODERSEN

Wasseruntersuchung. Zur Bestimmung von oxydiertem Stickstoff in Trinkwässern und Abwässern und zur Beurteilung der Nitrifikation in Böden und Rieselwässern benutzen R. C. HOATHER und R. F. RACKHAM¹ die UV-Absorption des Nitrations bei 210 nm. Der spezifische Absorptionskoeffizient für 1 ppm Nitrat beträgt bei dieser Wellenlänge 0,55; die Methode ist aus diesem Grunde sehr empfindlich. Andere Anionen stören hier nicht. Für organische Substanz wird ein empirischer Korrekturfaktor eingeführt; man bestimmt die Extinktion bei 275 nm und zieht den 4fachen Wert dieser Extinktion von der bei 210 nm gemessenen Extinktion ab. In den meisten Fällen stimmen die so erhaltenen Ergebnisse mit denen nach chemischen Methoden (Phenoldisulfonsäure, Neßlers Reagens) gefundenen überein. Abweichungen, die besonders bei frisch gezogenen Proben von Abwässern auftreten, erklären die Verf. mit Zwischenprodukten, die bei der Nitrifikation auftreten und mit chemischen Methoden nicht voll erfaßt werden. Diese Diskrepanz gleicht sich allerdings nach tagelangem Stehen der Probe aus.

¹ Analyst 84, 548—551 (1959). Countie Public Health Labs. London (England). H. SPECKER

Eine Schnellmethode zur Mikrobestimmung von in Wasser gelöstem Sauerstoff, die es einer Person gestattet 10 Proben in 1 Std zu analysieren, beschreibt J. BARGE¹. Der Verf. verwendet die bekannte Methode nach WINKLER (alkalische

Mangan(II)-salzlösung, Zusatz von Kaliumjodid, ansäuern) und titriert nach der Dead stop-Methode. Eisen(II) muß mit Hilfe eines Ionenaustauschers entfernt werden.

¹ Chem. and Ind. 1959, 1307—1311. Centr. Electr. Gen. Board, Southern Division (England). KLAUS BRODERSEN

Polarographische Bestimmung von Sauerstoff in Wässern, die oberflächenaktive Stoffe enthalten. K. H. MANCY und D. A. OKUN¹ entwickeln eine automatische Apparatur zur polarographischen Sauerstoffbestimmung, mit deren Hilfe sie untersuchen, wie weit die Bestimmung von Sauerstoff in Fluß- und Abwässern, die heute fast durchweg oberflächenaktive Stoffe enthalten, von diesen beeinflusst wird. Die Apparatur besteht aus der Belüftungssäule, in der eine bestimmte Sauerstoffkonzentration hergestellt werden kann, und der polarographischen Zelle mit Hg-Tropfelektrode und Hg-Bodenanode, die mit der Säule durch ein System von Leitungen verbunden ist. Als Vergleichselektrode dient die gesätt. Kalomelektrode. Die wäßrige Lösung wird mit Hilfe einer Kreispumpe bewegt. Sie zirkuliert ständig in der Apparatur. Die Geschwindigkeit und Strömungsverhältnisse sind so eingestellt, daß die polarographische Bestimmung dadurch nicht beeinflusst wird. Bei ihren Untersuchungen stellen Verff. fest, daß die anionaktiven Stoffe (*Aerosol OT*, *Alkylbenzolsulfonat*) die erste Sauerstoffreduktionsstufe stark verändern. Die 2. Stufe dagegen bleibt weitgehend unbeeinflusst. *Kationaktive Stoffe (Roccal)* stören die Reaktion der 2. Stufe. Die *nicht ionischen oberflächenaktiven Stoffe (Triton X-100)* zeigen über den ganzen Potentialbereich Störungen. Da die hauptsächlich in Wässern vorkommenden oberflächenaktiven Stoffe anionaktiv sind, ist die Bestimmung von Sauerstoff bei der 2. Reduktionsstufe möglich. Bei kationaktiven kann entsprechend die 1. Stufe verwendet werden. Maximumunterdrücker sind nicht erforderlich.

¹ Analyt. Chemistry **32**, 108—114 (1960). Univ. Chapel Hill, N.C. (USA).

MARGOT ZIMMERMANN

Zur Bestimmung von Fluor in Trinkwasser benutzen J. A. FRESEN, H. VAN GOGH und J. A. C. VAN PINKTEREN¹ einen Anionenaustauscher, um störendes Sulfat vom Fluorid abzutrennen. Die vom Austauscher gebundenen Anionen werden durch eine Ammoniumchlorid-Ammoniak-Pufferlösung vom p_H-Wert 9,2 getrennt, wobei diese Lösung nur das Fluorid eluiert. — *Vorschrift.* Man benutzt eine Schicht von 1 cm Ø und 15 cm Höhe von Dowex 1-X10 (50—100 mesh, Cl⁻-Form) und läßt durch diese 100—130 ml fluoriertes Trinkwasser (je nach dem zu erwartenden Fluorgehalt) mit einer Geschwindigkeit von 2 ml/min durchlaufen. Nach dem Auswaschen mit 10 ml dest. Wasser eluiert man mit 40 ml einer 0,1 n Lösung von Ammoniumchlorid, die mit Ammoniak auf p_H 9,2 gebracht ist. Man spült mit 10 ml dest. Wasser nach und füllt das Eluat auf 100 ml auf. Darin wird das Fluorid nach S. MEGREGIAN² bestimmt. Der Austauscher wird mit 50 ml 2 n Salzsäure regeneriert.

¹ Pharm. Weekbl. **95**, 33—40 (1960) [Holländisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Univ. Utrecht (Holland). — ² Analyt. Chemistry **26**, 1161 (1954); vgl. diese Z. **154**, 284 (1957). R. KLEMENT

Für die Bestimmung von Germanium in den Ammoniakwässern der Kokereien und Gaswerke eignet sich nach J. GOTTFRIED und V. JÁRA¹ das von S. TAKANA und K. SAITO² empfohlene Verfahren mit der Abänderung, daß die vorhandenen Sulfide und organischen Substanzen nicht mit Salzsäure-Kaliumchlorat, sondern mit Brom in alkalischem Medium oxydiert werden. Das überschüssige Brom wird mit Ameisensäure reduziert und das Germanium aus der entstandenen Lösung nach Ansäuern mit Salzsäure zuerst in Tetrachlorkohlenstoff und danach in Wasser³