

*führung.* 0,5—1 g Probe werden in einem Gemisch von Wasserstoffperoxid, Wasser und Essigsäure (2:2:1) aufgelöst und die Lösung bis zum Auftreten von  $\text{SO}_2$ -Dämpfen eingengt. Schließlich werden 1—2 g  $\text{K}_2\text{SO}_4$  und ein  $\frac{1}{8}$  Teil eines aschefreien Filters mit  $\varnothing$  12 cm zugegeben und die Lösung bis zur Aufhellung erhitzt. Nach der Abkühlung werden 10 ml Salzsäure ( $D$  1,36) zugegeben, 5—10 min gekocht und die Lösung in einem 200 ml-Meßkolben bis zur Marke aufgefüllt. Colorimetriert wurden 1—9 ml dieser Lösung nach der Verdünnung auf 9 ml und Zugabe von 0,03 ml 1%iger Stärkelösung und 1 ml 0,03%iger (I)-Lösung in 100 ml Äthanol und 1 ml Schwefelsäure (1:1). Bei Anwendung eines lichtelektrischen Colorimeters mit einem grünen Filter ist der rel. Fehler nicht größer als 1,1%.

<sup>1</sup> Zavodskaja Laborat. **29**, 929 (1963) [Russisch]. Inst. f. Akkumulatorforschung, UdSSR. — <sup>2</sup> Ž. anal. Chim. **11**, 560 (1956); vgl. diese Z. **157**, 115 (1957). L. SOMMER

**Eine polarographische Bestimmung von Indium in Blei- und in Zink-Metall** führen R. J. HOFER, R. Z. BACHMANN und C. V. BANKS<sup>1</sup> durch, mit der Indium in Blei (mit 2% Zink) oder Zink (mit 2% Blei) rasch bestimmt werden kann. — *Vorschrift.* Die Probe wird in möglichst wenig Salpetersäure (1:1) gelöst, mit 25 ml Schwefelsäure je 500 ml wird das Blei gefällt. Ein aliquoter Teil von 5 ml der abgestandenen Lösung (etwa 0,1—2,5 mg In entsprechend) wird dann mit 20 ml 12,5%iger Lösung von d-Weinsäure vermischt, man stellt mit konz. Ammoniak auf pH 2,0 ein und behandelt zur Sauerstoffentfernung 10 min mit Helium bei  $25 \pm 0,3^\circ\text{C}$ . Unter Helium wird dann von  $-0,5$  bis  $-1,0$  V polarographiert. Die Indiumstufe bei  $-0,75$  V wird in üblicher Weise ausgewertet. — Man kann auch die schwefelsaure Lösung abrauchen, den Rückstand in 25 ml 0,1 m Ammoniumthiocyanatlösung mit 0,005% Gelatine aufnehmen, den pH-Wert auf  $1,0 \pm 0,1$  einstellen (konz. Schwefelsäure) und dann erst die Weinsäurelösung zusetzen. In jedem Fall werden gut auswertbare Stufen erhalten, die sich entgegen der Methode nach V. G. RIENÄCKER und E. HOSCHEK<sup>2</sup> nicht mit der Zeit ändern (zwischen 3 min und 18 Std). Der Standardfehler liegt bei 1,79% für 0,163—2,71 mg In je 25 ml, in welchem Bereich die Stufenhöhe linear wächst. Die Elektrodenreaktion ist irreversibel.

<sup>1</sup> Anal. chim. Acta (Amsterdam) **29**, 61—65 (1963). Iowa State Univ., Ames, Iowa (USA). — <sup>2</sup> Z. anorg. allg. Chem. **268**, 260 (1952). K. CRUSE

**Eine colorimetrische Bestimmung von Bor in Zirkoniumlegierungen mit Curcumin** beschreiben M. FREGARDE und J. CARTWRIGHT<sup>1</sup>. Das Bor wird als Methylborat abdestilliert und als Rosocyaninkomplex nachgewiesen. — *Ausführung.* In einen 250 ml-Rundkolben aus Quarz werden 1 g der Zirkoniumlegierung, 30 ml Methanol (maximaler Wassergehalt 0,01%) und 2 ml Brom p.a. gegeben und sofort ein Luftkühler (Rückflußkühler aus Quarz, 1,2 m lang) aufgesetzt. Nach Auflösung der Legierung auf einem Eisbad wird der Kühler mit 30 ml Methanol ausgespült und das überschüssige Brom durch Zugabe von 2 g  $\text{SnCl}_2$  p.a. entfernt. Dann wird unter Verwendung einer elektrischen Heizhaube destilliert. Man fängt 35 ml Destillat in einem Polyäthylenbecher auf, der 2 ml 10%ige Natronlauge und 5 ml Methanol enthält und dampft es auf einem Wasserbad bei  $85-95^\circ\text{C}$  zur Trockne ein. Der Rückstand wird in 3 ml Curcuminlösung (0,625 g Curcumin in 500 ml Essigsäure p.a. lösen) gelöst, gekühlt, mit genau 3 ml Essigsäure-Schwefelsäuregemisch (250 ml Schwefelsäure [ $D$  1,84] zu 250 ml Essigsäure p.a. geben) versetzt und 15 min stehen gelassen. Dann wird mit Methanol auf 100 ml aufgefüllt und durch ein Whatmanfilter Nr. 41 filtriert. Man mißt die optische Dichte bei 552 nm in einer 4 cm-Zelle gegen eine Leerlösung, die alle Reagentien enthält. Die Reproduzierbarkeit der Methode ist im 0,3 ppm-Bereich 0,03 ppm.

<sup>1</sup> Analyst **87**, 214—216 (1962). Bragg Lab., Naval Ordnance Inspection Establ., Sheffield 9 (England). H. BLAHA