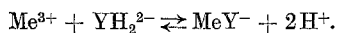


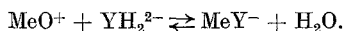
*chinaldat* mit IBMK und anschließende Atomabsorption des Extraktes vor. — *Arbeitsweise.* 10 ml der salzsauren Probelösung (3–40 µg Mg) werden mit 20 ml (bzw. 5 ml) gesätt. Natriumchloridlösung, 1 ml Natriumtartratlösung (25 g/100 ml; Mg-frei) und 5 ml 8-Hydroxychinolinlösung (bzw. 8-Hydroxychinaldinlösung) versetzt und mit Ammoniak auf pH 11 eingestellt. Man verdünnt auf 40 ml und extrahiert 3 min mit 10 ml IBMK. Die organische Phase wird direkt in die Flamme eines Luft-Acetylen-Gemisches gesprüht.

[1] *Talanta* **12**, 989–996 (1965). Dept. Synth. Chem., Fac. Engng., Univ. Nagoya (Japan).  
K. HENNING

**Zur Bestimmung der freien Säure in Lösungen von Antimon(III) bzw. Wismut(III)** versetzen R. K. IYER und T. R. BHAT [1] mit einem etwa 2%igen Überschuß 0,01 M ÄDTA-Dinatriumsalzlösung und titrieren mit 0,1 N Natronlauge bis pH 4,5 zurück. Der Endpunkt kann potentiometrisch oder visuell mit Methylorange-Bromkresolgrün-Mischindicator (0,1%/0,05% w/v in Wasser) bestimmt werden. Es muß sichergestellt sein, daß das zu bestimmende Ion einheitlich als  $\text{Me}^{3+}$  oder  $\text{MeO}^+$  vorliegt. Für Lösungen, deren Säuregehalt mehr als 2 N beträgt, gilt die Reaktionsgleichung



Es sind daher pro Mol Metallion 2 Mole Wasserstoffion vom Titrationsergebnis abzuziehen, um den Gehalt an freier Säure zu erhalten. Antimonlösungen unter einer Acidität von 1 N und Wismutlösungen unter 0,5 N ergeben direkt den gesuchten Wert:



[1] *Talanta* **13**, 631–634 (1966). Atomic Energy Establ. Trombay, Chem. Div., Bombay (Indien).  
L. J. OTTENDORFER

**Die spektralphotometrische Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Vanadium in Solen** gelang A. T. PILIPENKO, I. P. SEREDA und E. A. ŠPAK [1], als sie die Extraktion unter Verwendung von N-Furoylphenylhydroxylamin durchführten. — *Arbeitsweise.* Die Probelösung, die ca. 20 g NaCl enthält, wird auf 80 ml mit Wasser verdünnt. Man gibt 1 ml einer 1 M Lösung von Natriumfluorid zu, dann 20 ml konz. Salzsäure und schließlich 5 ml einer 0,5%igen Lösung von N-Furoylphenylhydroxylamin in Chloroform. Man schüttelt 1 min, läßt 2–3 min stehen, filtriert und mißt in einer 1 cm-Küvette bei 510 nm im Photoelektrocolorimeter FÄK-N-57 unter Verwendung des Lichtfilters Nr. 5. Als Blindlösung dient das Extraktionsmittel. Vanadiumkonzentrationen bis zu  $10^{-50}$  können in der angegebenen Weise bestimmt werden. Zur Auswertung wird eine Eichkurve aufgestellt.

[1] *Zavodsk. Lab.* **32**, 660–661 (1966) [Russisch]. Staatl. Univ., Kiev (UdSSR).  
K. BORMANN

**Zur Bestimmung von Selen in technischer Schwefelsäure** schlagen K. TOEI und K. IRO [1] die Reaktion des Selens mit o-Phenylendiamin zu *Piaselenol* vor, so daß anschließend die Absorption dieses Komplexes bei 335 nm gemessen werden kann. — *Arbeitsweise.* Zu einer abgewogenen Menge technischer Schwefelsäure (< 20 µg Se) gibt man 2 ml 0,4 M Harnstofflösung, erwärmt 1 min auf 80°C, kühlt und neutralisiert mit Ammoniak. Dann fügt man 2 ml 0,1 M ÄDTA-Lösung hinzu, stellt mit Ameisensäure auf pH 1,5–2,5 ein, verdünnt auf 50 ml mit Wasser, gibt 2 ml 0,2%ige o-Phenylendiaminlösung hinzu und läßt 2 Std bei Raumtemperatur stehen. Anschließend wird mit 10 ml Toluol 30 sec extrahiert, zentrifugiert und

die Absorption bei 335 nm gegen Toluol gemessen. Eine Eichkurve wird in völlig analoger Weise hergestellt. Das Verfahren wird durch keines der in technischer Schwefelsäure enthaltenen Elemente einschließlich Nitrit gestört.

[1] Talanta **12**, 773—775 (1965). Dept. Chem., Fac. Sci., Univ. Okayama (Japan).

K. HENNING

**Zur kontinuierlichen polarographischen Bestimmung von Schwermetallen in Elektrolyt-Lösungen** verwenden CH. Z. BRAJNINA und V. B. BELJAVSKAJA [1] eine Methode, die sie bereits an anderer Stelle beschrieben haben [2,3]. Die zu bestimmenden Metalle werden an der Graphitscheibenelektrode ( $\varnothing$  2 mm) abgeschieden und dann elektrolytisch unter Anwendung einer linear anwachsenden polarisierenden Spannung gelöst. Aus der Höhe der Peaks an den polarographischen Kurven ermittelt man die gesuchte Konzentration. Die untersuchte Lösung strömt mit konstanter Geschwindigkeit durch die Elektrolytzelle mit einer gesätt. Kalomel-elektrode als Hilfs-elektrode. Der Oscillograph CLA-02 dient zur Polarisation und Aufnahme der polarographischen Kurven. Die Abscheidung von Metallen erfolgt bei einer konstant gehaltenen Spannung (z. B. während 14 sec), dann beginnt die Spannung linear anzuwachsen (0,125 V/sec). Die kontinuierliche Bestimmung wird durch die Anwesenheit von oberflächenaktiven Stoffen gestört (Absinken der Peakhöhe). Für die Beseitigung dieser Störung wird entweder eine periodische mechanische Reinigung der Oberfläche oder eine starke negative Polarisation der Elektrode vorgeschlagen, die periodisch vorgenommen wird und infolge elektrostatischer und mechanischer (durch den entweichenden Wasserstoff) Entfernung von organischen Stoffen die Reinheit der Oberfläche sichert. Das elektrochemische Verfahren ist bequemer, ist aber nur in sauren Medien verwendbar, da sonst ein Hauptbestandteil der Lösung mit Rücksicht auf die gegebene Überspannung leichter als Wasserstoff abgeschieden wird, so daß der angestrebte Reinigungseffekt nicht zustande kommen kann. Die Methode ergab bei der Cu-Bestimmung in 0,1 N  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ -Lösung, die mit Salpetersäure auf eine Konzentration von 0,1 N angesäuert war und  $1 \cdot 10^{-4}$  M  $\text{CuSO}_4$  enthielt, eine zufriedenstellende Konstanzhaltung der Cu-Peakhöhe (über 50 Std); die Vorelektrolyse erfolgte bei  $-1,5$  V, wobei gemeinsam mit Cu auch Wasserstoff abgeschieden wurde. Für die kontinuierliche Analyse industrieller  $\text{ZnSO}_4$ - und  $\text{NiSO}_4$ -Lösungen, in denen Cu bzw. Cd zu bestimmen war, wurde die Reinigung mechanisch in bestimmten Zeitabständen mit Hilfe eines Abrasivs durchgeführt, das unter der Arbeitselektrode mit Epoxidharz angeklebt war. Die unter diesen Bedingungen aufgenommenen Peakhöhen blieben über 100 Std unverändert. Die relativen Fehler lagen in den Grenzen 2—4%. Die Methode kann für Zwecke der *automatischen Regelung* (z. B. bei der Reinigung von Elektrolyten) verwertet werden. Ihre Empfindlichkeit ist in breiten Grenzen durch die Wahl der Vorelektrolysedauer einstellbar.

[1] Zavodsk. Lab. **31**, 1172—1175 (1965) [Russisch]. Zweigstelle d. wiss. Allunions-Forschungsinstit. f. chem. Reagentien u. bes. reine chem. Stoffe, Doneck (UdSSR). — [2] BRAJNINA, CH. Z., u. V. B. BELJAVSKAJA: Metody analiza chimičeskich reaktivov i preparatov (Methoden der Analyse von chemischen Reagentien und Präparaten), IREA-Veröffentlichungen, Nr. 5—6, 129 (1963). — [3] BRAJNINA, CH. Z., T. A. RYGAJLO u. V. B. BELJAVSKAJA: Zavodsk. Lab. **29**, 4 (1963).

B. TVAROKA

**Nachweis und Bestimmung sulfatierter Fettsäuren in Flotationstraglaugen.** R. SELL [1]. Das beim Abbau von Rohsalzsteinlagern anfallende Anhydrit ( $\text{CaSO}_4$ ) stellt eine bei der Herstellung von Kaliumsulfat aus Kieserit ( $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) störende Verunreinigung dar, die durch Flotation in Löselauge als Traglauge und mit Praestabitol V (Na-Salz einer sulfatierten Fettsäure mit einem Sulfatierungsgrad von 97%)