E. CHAIN¹, die schon von W. A. PONS und J. D. GUTHRIE² weiter entwickelt wurde. Durch Abkürzung der Einwirkungszeit von Mineralsäuren vermeiden die Verfasser die Hydrolyse leicht hydrolysierbarer phosphorhaltiger Verbindungen und durch Zusatz von Silicowolframat die durch Proteine verursachte Störung.

Reagenzien: Silicowolframatlösung. Man löst 5,7 g Natriumsilicat. 9 Hydrat und 79,4 g Natriumwolframat. 2 Hydrat in ungefähr 500 ml Wasser, fügt 15 ml konzentrierte Schwefelsäure zu, kocht 5 Std, kühlt und verdünnt mit Wasser zu 1 l.

Molybdatreagens. Man löst 50 g Ammoniummolybdat in 400 ml 10 n Schwefelsäure und verdünnt mit Wasser auf 1 l.

Zinn(II)-chloridlösung. Zur Bereitung einer Stammlösung löst man 10 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ in 25 ml konzentrierter Salzsäure. 1 ml dieser Lösung wird für den Gebrauch mit ungefähr n Schwefelsäure auf 200 ml verdünnt.

Alkoholische Schwefelsäurelösung. 20 ml konzentrierte Schwefelsäure werden in 980 ml 99,5% igem Äthylalkohol gelöst. Verdünnter Alkohol kann Instabilität der Molybdänblaufärbung verursachen.

Ausführung der Bestimmung: Ein aliquoter, 20–80 μg Phosphor enthaltender Teil der zu untersuchenden Lösung wird mit Wasser auf 15 ml verdünnt und mit 25 ml einer Mischung gleicher Raumteile von Isobutylalkohol und thiophenfreiem Benzol versetzt. Nach Zugabe von 5 ml Silicowolframatlösung gibt man 5 ml Molybdänreagens zu, verschließt mit einem Gummistopfen und schüttelt 15 sec. Nach Trennung der Phasen bringt man 10 ml der organischen Lösung in ein 50 ml-Meßkölbchen und wäscht die Pipette mit Äthylalkohol-Schwefelsäure aus. Mit der gleichen Alkohol-Schwefelsäuremischung verdünnt man auf etwa 45 ml, setzt 1 ml verdünnte Zinn(II)-chloridlösung zu, bringt mit Alkohol-Schwefelsäure auf Volumen und mischt. Man photometriert gegen eine mit den gleichen Reagenzien hergestellte Blindlösung in 2 cm-Küvetten im Wellenlängenbereich von 625–725 $\text{m}\mu$ und entnimmt den Phosphorgehalt einer Eichkurve.

A. EICHLER.

Die Fällung von Benzidinsulfat ist in Anwesenheit von Chlor-Ionen unvollständig. R. B. FISCHER und R. S. SPRAGUE³ schließen aus elektronenmikroskopischen Aufnahmen der Niederschlagsteilchen, daß die störende Wirkung der Chlor-Ionen nicht auf erhöhte Löslichkeit des Benzidinsulfates, sondern auf oberflächliche Adsorption der Chlor-Ionen zurückzuführen ist. Mit steigender Chlor-Ionenkonzentration werden nämlich die Benzidinsulfatkrystalle immer unvollkommener ausgebildet, während man bei erhöhter Löslichkeit eine bessere Ausbildung der Krystalle erwarten sollte.

A. KURTENACKER.

Die Leitfähigkeitstiteration kleiner Mengen Sulfat mit Benzidinchloridlösung gelingt nach R. B. FISCHER und WEI KUAN CHEN⁴ in einer Lösung, die 30% Alkohol enthält. In wäßriger Lösung muß man nach jedem Reagenszusatz etwa 25 min warten, bis die Leitfähigkeit konstant wird, während in stärker alkoholischen Lösungen kolloide Niederschläge ausfallen und falsche Resultate erhalten werden. Der pH -Wert der Lösungen kann zwischen 3 und 7 liegen, die Sulfatlösung kann 0,001 n bis 0,025 n sein, Phosphat-Ionen stören sehr, sie müssen vor der Bestimmung als MgNH_4PO_4 abgeschieden werden. Chlor-Ionen sind in kleiner Menge ohne Einfluß, in mehr als 120fachem Überschuß gegenüber den Sulfat-Ionen bewirken sie zu niedrige Resultate. Die Titration wird in einer üblichen Leitfähigkeitsapparatur mit

¹ Biochem. J. **32**, 295 (1938).

² Ind. Eng. Chem., Anal. Edit. **18**, 184 (1946).

³ Analytica Chimica Acta **5**, 98 (1951).

⁴ Analytica Chimica Acta **5**, 102 (1951).