platinieren Platinelektroden im Thermostaten unter Rühren durchgeführt. Man arbeitet in einem Volumen von 100 ml mit Maßflüssigkeit von solcher Stärke, daß das Flüssigkeitsvolumen bis zum Äquivalenzpunkt um etwa 7% zunimmt. Vor dem Äquivalenzpunkt dauert es nach jedem Reagenszusatz 6—8 min, bis die Leitfähigkeit konstant ist, nach dem Äquivalenzpunkt genügt 1 min Wartezeit. Die beiden Leitfähigkeitsgeraden schließen einen Winkel von 120—140° ein.

A. KURTENACKER.

Selen und Tellur bestimmt G. NORWITZ¹ auf elektrolytischem Wege durch Abscheidung als Kupferselenid bzw. -tellurid aus der salpetersauren Lösung, in der die Metalloide in 4wertigem Zustand enthalten sind. Die Niederschläge werden nach dem Trocknen und Wägen in heißer Salpetersäure gelöst und das Kupfer nach Oxydation der Metalloide durch Kaliumpermanganat zu Selensäure bzw. Tellursäure aus salpetersaurer Lösung elektrolytisch zurückbestimmt. Es können auf diesem Wege bis zu 0,25 g Selen und 0,017 g Tellur bestimmt werden.

Ausführungsbeispiele: Man löst je 0,5 g Kupfer in 15 ml 1:1 verdünnter Salpetersäure, gibt abgemessene Anteile von Lösungen von seleniger bzw. telluriger Säure in 1:8 verdünnter Salpetersäure zu und erhitzt die Lösung zur Verjagung von Stickoxyden einige Minuten zum Sieden. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur verdünnt man auf 190 ml, setzt 1 Tropfen 0,1 n Salzsäure zu und elektrolysiert für Selen unter Rühren 1,5 Std mit 2 Amp. pro 100 cm² unter Verwendung einer Platinnetzkatode und -drahtspiralanode.

Zur Abscheidung des Tellurs elektrolysiert man 1 Std mit 3,5 Amp., da sonst nicht alles Tellur niedergeschlagen wird. Die Kathode wird mit Wasser und Alkohol gewaschen, 3 min bei 110° getrocknet und nach dem Erkalten gewogen. Die Niederschläge werden durch Behandeln mit 20 ml 1:1 verdünnter heißer Salpetersäure von der Kathode gelöst, die Lösung wird mit 10 ml Wasser verdünnt und abkühlen gelassen. Dann setzt man 5%ige Kaliumpermanganatlösung zu, bis eine rötliche Färbung bestehen bleibt. Nach 5 min langem Erhitzen zum Sieden entfernt man den Permanganatüberschuß mit wenig 5%igem Wasserstoffperoxyd, beseitigt den Peroxydüberschuß durch weiteres Erhitzen, kühlt auf Raumtemperatur ab und verdünnt mit Wasser auf 190 ml. Nach Zusatz von 1 Tropfen 0,1 n Salzsäure elektrolysiert man unter Rühren 1—1,5 Std mit einer Stromdichte von 2 Amp./100 cm².

Auf diese Weise kann auch das Kupfer in selen- und tellurhaltigem Gießereikupfer und in Kupfererzen bestimmt werden, wenn der Selengehalt der Lösung 0,045 g, der Tellurgehalt 0,15 g nicht überschreitet.

A. EICHLER.

Bei der Bestimmung von Selenaten ist es nach H. BASSETT² weit einfacher und vorteilhafter, die Reduktion zu Selen mit konz. Salzsäure und schwefliger Säure in einer einzigen Operation statt wie üblich in zwei Gängen durchzuführen.

Auf 1 g festes Selenat oder 25 ml wäßrige Lösung nimmt man 25 bzw. 50 ml konzentrierte Salzsäure, die zuvor in der Kälte mit schwefliger Säure gesättigt wurde, worauf die Abscheidung von rotem Selen sofort beginnt. Nach 2stündigem Stehen erhitzt man auf der Heizplatte, um SO₂ und den größten Teil der Salzsäure abzutreiben und Selen in die graue Form umzuwandeln, verdünnt dann mit Wasser auf etwa 50 ml und erhält einige Zeit im Sieden um lösliche Stoffe aus Selen zu entfernen. Im Goochtiegel wäscht man mit Wasser chlorfrei, verdrängt dann das Wasser durch Alkohol, trocknet schließlich im Ofen bei 100—110° zum konstanten Gewicht.

H. ZELLNER.

¹ Analytica Chimica Acta (Amsterdam) 5, 109 (1951).

² J. Chem. Soc. (Lond.) 1950, 1191.