Die Bestimmung von Bor in Magnesit und geschmolzener Magnesia führen W. M. HAZEL und G. H. OGILVIE¹ in einem wenig Zeit beanspruchenden Verfahren durch. Verunreinigungen wie Eisen, Titan, Calcium werden aus der Lösung zusammen mit Magnesium mit einer Mischung von Natriumcarbonat und Natronlauge niedergeschlagen und Bor wird im Filtrat nach dem Mannitverfahren titriert.

Man erhitzt 5 g Einwaage in einem 250 ml-Rundkolben am Rückflußkühler mit 35 ml Salzsäure (1 : 1) bis zur völligen Lösung, kühlt ab, versetzt tropfenweise mit so viel 10%iger Natronlauge, daß sich der anfängliche Niederschlag gerade noch löst und die Lösung ohne Indicatorzusatz annähernd Neutralität erreicht. Die Lösung wird in einem 500 ml-Meßkolben mit einer Lösung von 15 g Natriumhydroxyd und 2 g Natriumcarbonat in 50 ml Wasser vermischt und zur Marke aufgefüllt. 100 ml der abfiltrierten Lösung pipettiert man in einen Borosilicatbecher und stellt auf pH 7,0 ein, indem man unter Zusatz von 4 Tropfen p-Nitrophenol-Indicator die alkalische Lösung mit Salzsäure 1 : 1 neutralisiert, bis nach öfterem wechselweisen Zusatz von 0,1 n Lauge bzw. 0,1 n Salzsäure der Indicatorumschlag von farblos auf Gelb auf 1 Tropfen genau erreicht ist. Man behandelt dann 1 Std bei 65°, filtriert in eine starkwandige Flasche, wäscht mit heißem Wasser gut nach, fügt 3 Tropfen Salzsäure 1 : 1 im Überschuß zu, erwärmt auf 70° unter vermindertem Druck, bis alles Gas aus der Lösung entfernt ist. Nach Kühlung spült man Stopfen und Wandung mit kohlenstoffsaurem Wasser ab und neutralisiert wieder genau wie zuvor. Dann titriert man unter Zusatz von 1 ml Phenolphthalein und 1 g Mannit mit 0,1 n Natronlauge, bis nach öfter wiederholtem Zusatz von je 1 g Mannit die rötliche Endfarbe bestehen bleibt. Der Wert einer gleich behandelten Blindprobe muß abgezogen werden. J. ZELLNER.

Zur Bestimmung von Zinkoxyd in Zinkstaub verdampfen E. W. BALIS, L. B. BRONK und H. A. LIEBHAFSKY² das Metall im Vacuum an Kupfer und wägen das zurückbleibende Oxyd. Das Verfahren wurde schon in ähnlicher Weise von J. W. PRICE³ zur Bestimmung des Zinks in seinen Legierungen und von W. H. VERNON, E. J. AKEROYD und E. G. STROUD⁴ zur Bestimmung von Oxydschichten auf Zinkfolien angewandt und wird wie folgt ausgeführt:

0,200 g des Materials werden auf ein Kupferschiffchen gegeben, das aus einem längs durchgeschnittenen Stück Kupferrohr besteht. Nach Bedecken mit einem gleichartigen Deckel wickelt man das Ganze dicht in Kupferfolie (0,08 mm) und bringt in ein Pyrexglasrohr, das in einem Röhrenofen liegt. (Kupferschiffchen und -folie müssen vor ihrer Verwendung durch Glühen im Wasserstoffstrom von Oxyd befreit werden.) Man läßt etwa 10 min lang Wasserstoff durch den Apparat strömen, evakuiert möglichst vollständig, läßt wieder, bis zu 1 Std, Wasserstoff durchströmen und evakuiert wieder. Dann erhitzt man 30 min auf 450°, läßt erkalten und wägt das zurückgebliebene Zinkoxyd, nachdem man es auf ein Platinblech gepinselt hat, auf der Mikrowaage.

In analysenreinem Zinkstaub wurden auf diese Weise 1,16% = 1,35% Sauerstoff festgestellt. A. EICHLER.

Für den Nachweis und die Bestimmung von Bleispuren in Zinkmaterialien bedient sich F. L. HAHN⁵ der Tatsache, daß aus stark ammoniakalischen Lösungen mit wenig H₂S nur Blei, aber kein Zink gefällt wird. Die Empfindlichkeit

¹ Analytic. Chemistry **22**, 697 (1950).

² Analytic. Chemistry **21**, 1373 (1949).

³ J. Soc. Chem. Ind. **45**, 283 (1945).

⁴ J. Inst. Metals **45**, 301 (1939).

⁵ Analytica. Chimica Acta (Amsterdam) **4**, 453 (1950).