des Nachweises von Pb mit H_2S beträgt $2 \mu\text{g}$ Pb neben 100 mg Zn. $5\text{--}50 \mu\text{g}$ Pb können colorimetriert werden.

Nachweis: Zu 1 ml Zinklösung tropft man konzentrierte Ammoniaklösung, bis alles Hydroxyd wieder gelöst ist, und gibt noch 3 Tropfen hinzu. Dann versetzt man tropfenweise mit $1\text{--}2\%$ iger H_2S -Lösung, bis die Färbung sich nicht mehr verstärkt. — **Bestimmung:** 1 ml Zinksalzlösung wird wie oben mit NH_4OH behandelt, auf 5 ml aufgefüllt und mit 3 Tropfen des H_2S -Wassers versetzt. Die Lösungen werden sofort nach dem Mischen und wieder nach 5 und 10 min unter Verwendung eines dunkelgrünen Filters colorimetriert und diese 3 Werte gemittelt. Statt als Sulfid kann Blei in der stark ammoniakalischen Zinklösung auch als Chromat nachgewiesen werden. Die Reaktion ist aber 10 mal weniger empfindlich als die Sulfidreaktion. MESECH.

Zur Bestimmung von Thallium in hochprozentigen Zink- und Cadmiumlaugen empfiehlt W. KILIAN¹ das jodometrische, auf der Gleichung $\text{Tl}^{3+} + 2 \text{J}^- = \text{Tl}^+ + \text{J}_2$ beruhende Verfahren, das in reinen Thalliumlösungen und auch in solchen, die große Mengen Zn und Cd enthalten, genaue Resultate liefert. Die durch Eisen bewirkten Störungen werden mit Hilfe von Natriumfluorid beseitigt. Andere Metalle stören kaum. Das Verfahren eignet sich zur Bestimmung von $1\text{--}50 \text{ mg}$ Tl. Größere Tl-Mengen veranlassen Abscheidung von Thallium(I)-jodid, wodurch das Erkennen des Endpunktes erschwert wird. Die Bestimmung ist noch in Verdünnungen bis zu $0,0005 \text{ mg Tl/l}$ herab anwendbar.

Ausführung: Die $5\text{--}50 \text{ mg}$ Tl enthaltende Probe wird mit Schwefelsäure abgeraucht, bis die Säure fast ganz vertrieben ist; dann versetzt man in einem 1000-ml -ERLENMEYER-Kolben mit 15 ml Salzsäure (D 1, 19) und, falls Eisen vorhanden ist, mit 50 ml 4% iger NaF-Lösung. Nach dem Auffüllen auf etwa 500 ml gibt man Bromwasser in geringem Überschuß zu, entfernt den Überschuß mit 2% iger Phenollösung ($3\text{--}5 \text{ ml}$ Überschuß) und titriert nach Zusatz von 10 ml 1% iger KJ-Lösung (für weniger als 10 mg Tl genügen 5 ml KJ-Lösung) das freigewordene Jod mit Thiosulfatlösung, bis die Jodstärkefarbe bei langsamem Zusatz an Maßflüssigkeit nicht mehr verblaßt. Die Einwirkung der Laboratoriumsluft, direktes Sonnenlicht sowie Pausen während des Titrierens sind zu vermeiden. Die Titrationsdauer soll 3 min nicht überschreiten. A. KURTENACKER.

Über ein Bestimmungsverfahren für Schwefel in Zinkblenden und organischen Substanzen durch Aufschluß mit H_2O_2 berichten F. FEHÉR und E. HEUER². Die Oxydation des Schwefels in Zinkblende erfolgt in oxalsaurer Lösung mit 30% igem Wasserstoffperoxyd. Die Oxalsäure verhindert die katalytische Zersetzung des Wasserstoffperoxyds. Der Überschuß an Oxalsäure wird beim Kochen mit Wasserstoffperoxyd zerstört und stört daher die nachfolgende Bestimmung als Bariumsulfat nicht, die nach dem Verfahren von F. W. KÜSTER und A. THIEL³ durchgeführt wird. Der Aufschluß erfolgt in einem 300-ml -ERLENMEYER-Kolben, auf welchen mittels Schliffverbindung ein Sicherheitsrohr aufgesetzt wird. Bei Pyrit ergibt die Methode zu niedrige Werte.

Arbeitsvorschrift: $0,25 \text{ g}$ Zinkblende werden im Aufschlußkolben mit einer Mischung von 15 ml Perhydrol und 2 ml gesättigter Oxalsäurelösung versetzt und nach sofortigem Aufsetzen des mit 5% iger ammoniakalischer Wasserstoffperoxydlösung gefüllten Sicherheitsrohres 5 min stehen gelassen. Nach Zusatz von einigen Tropfen Brom läßt man unter öfterem Umschütteln weitere $20\text{--}25 \text{ min}$

¹ Z. Erzbergbau 3, 281 (1950).

² Angew. Chem. 62, 162 (1950).

³ Z. anorg. Chem. 19, 100 (1899).