stehen, erwärmt auf dem Drahtnetz und vertreibt das Brom und die Hauptmenge des Peroxyds. Nach Verdünnen mit 50 ml siedendem Wasser filtriert man und wäscht erst mit kaltem, dann mit heißem Wasser aus. Das Filtrat versetzt man, nachdem der Inhalt des Sicherheitsrohres zugefügt ist, mit 5 ml konz. Salzsäure, dann in der Wärme mit 15 ml 15%igem Ammoniak, verdünnt auf 350 ml und erhitzt zum Sieden. Nach langsam erfolgtem Zusatz von 50 ml siedender 10%iger Bariumchloridlösung fügt man 14 ml konz. Salzsäure zu und läßt absitzen. Die weitere Verarbeitung erfolgt in bekannter Weise. Die gefundenen Werte weichen bei 24% Schwefel um 0,00—0,11% vom Testwert ab.

Zur Oxydation des Schwefels in einigen *organischen Substanzen* mit 30%igem Wasserstoffperoxyd muß man die Lösung mit so viel überschüssiger Lauge versetzen, daß bis zum Ablauf der Oxydation alkalische Reaktion erhalten bleibt. Diese Feststellung deckt sich mit den Ergebnissen von Untersuchungen anderer Autoren. Nach R. KITAMURA und Mitarbeitern¹ wird mit 0,3—3%igem Wasserstoffperoxyd der an ein Kohlenstoff- oder Stickstoffatom mit Doppelbindung gebundene Schwefel zu Sulfat oxydiert.

Ausführung: 0,1—0,25 g Substanz werden in 10 ml Wasser gelöst, mit 10 ml Perhydrol und einigen Plätzchen Natriumhydroxyd versetzt und dann etwa 20 min auf dem Wasserbad stehen gelassen. Nach Verdünnen auf etwa 300 ml säuert man mit Salzsäure an und fällt in der Hitze durch tropfenweisen Zusatz von 10%iger Bariumchloridlösung. Die Versuche ergaben bei Thioharnstoff und Allylthioharnstoff Übereinstimmung mit den theoretischen Werten auf 0,00 bis 0,09%.

A. EICHLER.

Zur Bestimmung von Natrium in calcinierter Tonerde und in Aluminiumhydraten gibt H. JACKSON² eine für Betriebszwecke geeignete und wenig kostspielige Methode bekannt, bei der das Muster mit Salzsäure in der Einschmelzröhre bei 200° aufgeschlossen und Natrium nach Abfiltrieren von ungelöst gebliebenen Aluminiumoxyd-Resten mit Zinkuranylacetatlösung bestimmt wird. Die erzielte Genauigkeit liegt bei $\pm 0,006\%$, bei einem Na_2O -Gehalt von 0,2—0,5%.

Die aus leichtschmelzbarem Borosilicat-Glas von niedrigem Natriumgehalt bestehende Einschmelzröhre mit 5 mm innerem Durchmesser und etwa 36 cm Länge wird höchstens zu zwei Drittel mit 1 g Tonerde oder 0,5—0,6 g Aluminiumtribzw. -monohydrat und 3,0 ml Salzsäure (D 1,16) gefüllt, nach dem Zerschmelzen gut durchgeschüttelt und in horizontaler Lage im Schießofen 1—2 Std auf 200° erhitzt. Zwischendurch nimmt man die in einer Stahlschutzröhre befindliche Röhre nach $\frac{1}{2}$ Std aus dem Ofen, um durch kräftiges Umschütteln Kuchenbildung an der Wandung zu vermeiden. Nach beendetem Aufschluß läßt man die Röhre senkrecht stehend erkalten, öffnet und spült ihren Inhalt in einen mit Papierbrei beschichteten Sintertiegel, saugt von ungelösten Resten, die meistens natriumfrei sind, ab. Man verdampft zur Trockene, löst den Rückstand mit 1—2 ml Wasser und 5 Tropfen Essigsäure (1 : 1) und fällt Natrium in bekannter Art als Natriumzinkuranylacetat, das nach dem Trocknen gewogen wird. Zum Blindversuch benützt man 3 ml Salzsäure.

J. ZELLNER.

Die Bestimmung der Alkalität und des Aluminiumgehaltes von Natriumaluminatlösungen kann nach E. HERRMANN³ mit einer für Betriebsanalysen ausreichenden Genauigkeit (etwa 1%) durch Titration gegen Tropäolin und

¹ J. pharmac. Soc. Japan **54**, 1, 11 (1934); **55**, 72 (1935); **57**, 29, 51, 54, 58, 142, 209, 253 (1937); **58**, 8, 86, 161, 238, 243, 246, 251 (1938); **59**, 33, 61, 72, 73 (1939); **61**, 17, 39 (1941).

² Analyst **75**, 414 (1950).

³ Archiv za Kemiju **21**, 218 (1949).