Phenolphthalein erfolgen. Man verdünnt 10 ml Aluminatlauge im 100-ml-Meßkolben zur Marke und verwendet je 10 ml der verdünnten Lösung für die Titrationen. Man versetzt einmal 10 ml bei 40—50° mit 4—5 Tropfen 0,1% iger Tropäolinlösung und soviel n Salzsäure, daß deutliche Rotfärbung auftritt und Aluminiumhydroxyd vollständig gelöst ist. Dann fügt man n Natronlauge bis zur Gelbfärbung zu und titriert mit n Salzsäure bis zur Zwiebelorangefarbe zu Ende. Weitere 10 ml Lösung verdünnt man mit Wasser auf etwa 50 ml, versetzt mit 2—3 Tropfen 1% iger Phenolphthaleinlösung und titriert mit n Salzsäure bis eben zur Entfärbung. Der letzte Tropfen, der gerade die Entfärbung bewirkt, ist nicht mehr mitzurechnen. In carbonathaltiger Aluminatlauge ist in weiteren 10 ml nach BaCl₂-Zusatz mit n Salzsäure und Phenolphthalein zu titrieren, um den Na₂CO₃-Gehalt festzustellen.

A. KURTENACKER.

Zur colorimetrischen Eisenbestimmung im Quarz verwendet A. GOTTLIEB¹ die Reaktion mit o-Phenanthrolin. Man raucht 0,1—0,3 g des feinst zerkleinerten Quarzgutes mit 1 ml 35% iger Schwefelsäure und etwa 15 ml Flußsäure auf dem Sandbad zur Trockne ab und glüht schwach. Der Rückstand wird mit Kaliumpyrosulfat aufgeschlossen, die Schmelze in Wasser gelöst und nach Zusatz von 1—2 ml Salzsäure (1 : 1) auf 100 ml aufgefüllt. 25 ml dieser Lösung werden in einem zweiten 100 ml-Meßkolben nach Zusatz von 5 ml 5% iger Natriumsulfatlösung, 3 ml 1% iger o-Phenanthrolinlösung und 5 ml 0,1 m Acetatpuffer (p_H = 4,9) auf 100 ml aufgefüllt. Die Extinktion der entstandenen Eisen(II)-Phenanthrolinfärbung wird im LANGESCHEN Colorimeter bei einer Schichtdicke von 15 ml und dem Blaufilter BG 5 bestimmt. Eine Eichkurve wird mittels FeCl₃-Lösungen hergestellt, die man zur Vermeidung von Hydrolyse mit 10 ml konzentrierter Salzsäure auf 1 l Lösung versetzt. Für den Eisengehalt der angewendeten Reagenzien müssen an den Extinktionswerten entsprechende Korrekturen angebracht werden. Eisenfreies destilliertes Wasser wird in einer Glasapparatur hergestellt. K. H. LICHTENBERGER.

Aluminium in Quarzit bestimmt H. TAMM² durch Fällung als Oxychinolat mit nachfolgender bromatometrischer Titration und erzielt damit schnellere und genauere Ergebnisse als mit dem gravimetrischen, acidimetrischen (Lithiummethode), polarographischen oder dem Differenzverfahren, die damit verglichen wurden.

Der nach Abrauchen von 1 g Quarzit mit 6 g 40% iger Fluorwasserstoffsäure und 1 ml konz. Schwefelsäure nicht ganz zur Trockne gebrachte Rückstand wird mit 15 ml warmen Wasser gelöst, sodann neutralisiert und mit 1 ml 5% iger Lauge im Überschuß lackmusalkalisch gemacht. Nach Oxydation mit 0,1 ml Perhydrol werden Eisen und Titan ausgefällt. Das samt den Waschwässern 200 ml betragende Filtrat wird mit Salzsäure 1 : 1 eben angesäuert, mit 15 ml Oxinlösung (2,5 g Oxychinolin in 5 ml Eisessig gelöst, auf 100 ml verdünnt) versetzt und auf 60° erwärmt. Man gibt 30% ige Ammoniumacetatlösung bis zur bleibenden Fällung und dann 10 ml Überschuß zu. Der Niederschlag wird nach 10 min filtriert, mit 150 ml kaltem Wasser gewaschen, mit 75 ml Salzsäure 1 : 1 gelöst und mit Waschwasser bis auf 200 ml ergänzt. Ein passender aliquoter Teil der Lösung wird mit 0,1 n Bromid-Bromatlösung (2,7835 g KBrO₃ + 10 g KBr im Liter) nach 5 min langer Einwirkung bis zum goldgelben Umschlag von Indigocarmin titriert und mit 3 ml der Bromat-Bromidlösung im Überschuß versetzt. Das unverbrauchte Brom wird jodometrisch zurückbestimmt. 1 Al entspricht 3 Oxin oder 12 Brom.

H. ZELLNER.

¹ Mikrochemie (Wien) **35**, 320 (1950).

² Svensk. kem. Tidskr. **61**, 165 (1949).