Zur Sauerstoffbestimmung in Metalloxyden und sauerstoffhaltigen Metallsulfiden kann nach F. T. EGGERTSEN und R. M. ROBERTS¹ ein von H. v. WARTENBERG² für ZnO angegebenes Verfahren verwendet werden, bei welchem die Substanz im Schwefeldampf auf höhere Temperatur erhitzt und das entstandene SO₂ jodometrisch bestimmt wird. Die Verfasser zeigen, daß das Verfahren sich außer für ZnO auch für die Oxyde von Mo, W und Ni eignet; dagegen ist es zur Untersuchung solcher Oxyde unbrauchbar, die mit Schwefel bei höherer Temperatur langsam oder unvollständig reagieren. Dazu gehören u. a. BeO, MgO, B₂O₃, Al₂O₃, TiO₂, SiO₂. In Gemischen mit diesen Oxyden versagt auch die Sauerstoffbestimmung in den Oxyden von Ni, Mo oder W.

Zur Ausführung der Bestimmung dient ein Quarzrohr von 1,2 cm innerer Weite. Reiner, trockener Stickstoff streicht zunächst über ein kleines Schiffchen, das mit 10–100 mg Schwefel gefüllt ist und auf 270–290° C erwärmt wird. Der mit Schwefeldampf beladene Gasstrom kommt dann in den auf 850° erhitzten Teil des Rohres, in welchem sich das Schiffchen mit der Probe befindet. Der Hauptteil des Schwefels kondensiert sich in dem folgenden kalten Teil der Röhre. Zur Absorption des Schwefeldioxyds dient Jodlösung von bekanntem Gehalt. Der unverbrauchte Jodrest wird schließlich mit Thiosulfatlösung zurücktitriert. Feuchtigkeit muß sorgfältig ausgeschaltet werden, da sonst H₂S entsteht, der ebenfalls Jod verbraucht. Kohlenstoff dürfte auch stören. Wegen der Einzelheiten in der Durchführung der Bestimmung sei auf die Originalarbeit verwiesen.

A. KURTENACKER.

Für die colorimetrische Molybdänbestimmung in Pflanzen empfehlen H. J. EVANS, E. R. PURVIS und F. E. BEAR³ an Stelle des trockenen Veraschens die Behandlung der Probe mit Salpetersäure und Perchlorsäure. Man digeriert 1–10 g Probe mit 1–20 µg Molybdän mit Salpetersäure-Perchlorsäure, verdampft zur Trockne, fügt 5 ml konzentrierte Salpetersäure und 1 ml 70%ige Perchlorsäure zum Rückstand, verdampft nochmals zur Trockne, gibt 1 ml Perhydrol zum Rückstand, dann 70 ml Wasser, kocht 1 min, versetzt mit 10 ml konzentrierter Salzsäure, filtriert, wäscht mit heißem Wasser und bringt das Filtrat auf 100 ml. Man überträgt die Lösung hierauf in einen Scheidetrichter, versetzt mit 5 ml Ammoniumrhodanidlösung (Konzentration nicht angegeben), 1 ml 5 n NaNO₃-Lösung, 1 ml 10%iger FeCl₃-Lösung und 5 ml 10%iger SnCl₂-Lösung in Salzsäure (1+9), schüttelt mit genau 10 ml Äther aus, läßt die wäßrige Schicht ab und wiederholt das Ausschütteln, falls größere Mengen (mehr als 20 µg) Molybdän zugegen sind. Nach 10 min photometriert man die vereinigten ätherischen Auszüge bei 475 mµ. Die Resultate sind auf etwa 10% genau.

A. KURTENACKER.

Zur spektrophotometrischen Mikrobestimmung von Jod in pflanzlichem Material modifizierte F. G. HOUSTON⁴ das von W. G. GROSS, L. K. WOOD und J. S. McHAGUE⁵ angegebene Verfahren. Die durch Sauerstoffoxydation des Kaliumjodids eintretende Farbvertiefung konnte durch Herabsetzung der Jodidmenge auf ein Minimum beseitigt werden. Weitere Verbesserungen wurden durch Ersatz der Schwefelsäure durch Phosphorsäure und durch Aufbewahrung der Lösung bis zur Messung in Eiswasser erzielt. Die Messungen werden an Lösungen vom pH-Wert von etwa 2,5 bei 575 mµ in 1 cm-Küvetten ausgeführt.

¹ Analytic. Chemistry **22**, 924 (1950).

² Z. anorg. allg. Chem. **251**, 161 (1943).

³ Analytic. Chemistry **22**, 1568 (1950).

⁴ Analytic. Chemistry **22**, 493 (1950).

⁵ Analytic. Chemistry **20**, 900 (1948); vgl. d. Z. **130**, 89 (1949/50).