mit Oxalsäure zum Cer(III)-oxalat um, welches man durch mehrmaliges Glühen in CeO_2 überführt. — *Arbeitsweise.* Zur salpetersauren Lösung der Seltenen Erden, die etwa 0,15 g Cer (berechnet als CeO_2) enthält, fügt man so viel Salpetersäure, daß diese etwa $\frac{1}{3}$ des Volumens darstellt. Das Volumen soll 75 ml nicht überschreiten. Man oxydiert mit 0,5 g Kaliumbromat und fügt so viel einer Lösung von 200 g KJO_3 und 333 ml konz. Salpetersäure in 1 Liter Flüssigkeit hinzu, daß der Überschuß das 10–15fache des theoretisch nötigen Wertes beträgt. Der Cer(IV)-jodatniederschlag wird abfiltriert (Schl. & Sch. 507). Man fällt 2mal um, indem man jeweils in konz. Salpetersäure löst und unter Vermeidung von Verlusten fällt. Nach Auswaschen mit einer verd. Lösung von KJO_3 (8 g/l) in verd. Salpetersäure (50 ml/l) bringt man Niederschlag und Filter in dasselbe Gefäß, und versetzt mit 5–8 g Oxalsäure in etwa 75 ml heißem Wasser und kocht, bis die Entwicklung von Joddämpfen aufhört und die Flüssigkeit vollständig entfärbt ist. Schließlich filtriert man, wäscht mit 1%iger Oxalsäurelösung, glüht bei 900°C und wägt als CeO_2 .

¹ Chem. analit. (Warszawa) **3**, 813–816 (1958) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass. Anorg.-chem. Institut Gliwice (Gleiwitz), Polen. G. DENK

Die photometrische Bestimmung von Thallium mit Dithizon wird von R. S. CLARKE jr. und F. CUTTITTA¹ eingehend überprüft. Untersucht werden die Störungen durch andere Kationen, die Gültigkeit des Beerschen Gesetzes, die Stabilität des Komplexes, die Abhängigkeit vom pH -Wert der wäßrigen Phase, die Schütteldauer und die Absorptionsspektren bei wechselnder Konzentration der Ausgangslösung. — *Arbeitsvorschrift.* In einen graduierten 60 ml-Schütteltrichter gibt man nacheinander die Probenlösung (20–100 μg Tl), 5 ml 25%ige Natriumcitratlösung, 1 ml 5%ige Natriumsulfidlösung, 2 ml 5%ige Kaliumcyanidlösung und füllt mit Wasser auf 20 ml auf. Nach Zugabe von 15 ml Dithizonlösung (80 mg in 1 l Chloroform) wird 10 min auf einer Schüttelmaschine geschüttelt. Man überführt den Chloroformextrakt in einen zweiten Schüttelcylinder, wäscht noch 2mal mit 3 ml Chloroform nach und reextrahiert die vereinigten Extrakte mit 15 ml 0,08 n Salpetersäure. Die Chloroformphase wird verworfen; die wäßrige Phase wird noch 2mal mit je 3 ml Chloroform nachgewaschen und nach Zugabe von 0,05 ml 0,1%iger Methylrotlösung mit Natronlauge bis zum Umschlag nach Gelb neutralisiert. Dann gibt man noch 2 ml 5%ige Kaliumcyanidlösung hinzu ($\text{pH} \sim 10,6$) und extrahiert mit 15 ml Dithizon-Chloroformlösung (27 mg Dithizon in 1 l Chloroform). Nach Filtration wird die Extinktion des Chloroformextraktes bei 505 $\text{m}\mu$ gegen reines Chloroform (1 cm-Küvetten) gemessen. Es stören Zinn(II), Blei und Wismut; Blei und Wismut können vorher mit Diäthylthiocarbaminat entfernt werden.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 555–562 (1958). U.S. Geol. Survey, Washington (USA). H. SPECKER

Einen weiteren Beitrag zur Bestimmung von Alkalicarbonaten- und -hydrogencarbonaten nebeneinander geben E. BAKÁCS-POLGÁR und L. SZEKERES¹. Bei der Untersuchung von Gemischen etwa gleich großer Mengen Carbonat und Hydrogencarbonat ergeben die bisher veröffentlichten Verfahren² keine exakten Resultate. Die jetzt empfohlene Methode ist eine Modifikation des Verfahrens zur Bestimmung von Alkalihydroxyd und -carbonat nach L. SZEKERES und E. BAKÁCS-POLGÁR³. — *Ausführung.* Durch Zusatz einer abgemessenen Natriumhydroxydmenge wird das Hydrogencarbonat in Carbonat übergeführt und das gesamte Carbonat mit Bariumchloridlösung ausgefällt. Der Überschuß an Natronlauge wird mit Zinkchloridlösung und Phenolphthalein als Indicator zurücktitriert. — Eine