LE: Glastechn. Ber. **27**, 283 (1954). — GEILMANN, W., u. G. TÖLG: Glastechn. Ber. **33**, 245 (1960); vgl. diese Z. **170**, 447 (1961). — ⁵ GEILMANN, W., u. G. TÖLG: Glastechn. Ber. **33**, 376 (1960); vgl. diese Z. **182**, 69 (1961). — ⁶ HEERMANN, R.: Flammenphotometrie. Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer 1960. — ⁷ TÖLG, G.: Diss. Univ. Mainz 1958. R. HÖNIGSCHMID-GROSSICH

Gold in Cyanidlösungen bestimmt M. A. ŠAŠKIN¹ nach dessen Ausscheidung in kolloidem Zustande mit metallischem Zn und Adsorption an Aktivkohle (aus Kiefernholz, Korngröße 60–100 mesh) bei pH 1–2, colorimetrisch mit Guajacol. Die Reaktion verläuft nach der Gleichung $2\text{Au}(\text{CN})_2^- + \text{Zn} \rightarrow 2\text{Au} + \text{Zn}(\text{CN})_4^{2-}$, die Adsorption der negativ geladenen kolloiden Goldpartikeln an der positiv geladenen Kohle in sauren Lösungen ist quantitativ. Ag, Cu, Fe, Ni stören nicht. — *Ausführung.* Nach der Adsorption wird die Kohle durch ein dichtes Filterpapier abfiltriert, getrocknet und bei 700–800° C im Sauerstoffstrom verglüht. Die Asche wird mit 10–15 ml Jodlösung (2 g J₂ und 4 g KJ in 100 ml Wasser) 30 min unter kräftigem Schütteln ausgelaugt, quantitativ in ein 200 ml-Becherglas übergeführt, 3–4 g Quecksilber zugegeben und geschüttelt bis zur Entfärbung (ausgeschiedenes HgJ₂ wird nach Zugabe von 1–2 g KJ gelöst). Das Goldamalgam mit dem überschüssigen Quecksilber wird nach sorgfältigem Auswaschen mit konz. Salpetersäure bearbeitet, der zurückgebliebene Goldschwamm in 2 Tr. Königswasser aufgelöst und die Lösung auf 25 ml aufgefüllt. Die colorimetrische Bestimmung wird dann in einem aliquoten Teil der Lösung (mit dem Gehalt 0,02 bis 0,025 mg Au) fortgeführt, nach Zugabe von 10 Tr. einer 1%igen Lösung von Guajacol in Äthanol. Für den Konzentrationsbereich 2,5–70 µg Au in 15 ml ist das Lambert-Beersche Gesetz gut erfüllt.

¹ Zavodskaja Laborat. **27**, 145–146 (1961) [Russisch]. Reparatur-mechanischer Betrieb, Angara (UdSSR). L. SOMMER

Zur Bestimmung von Nitrat in Elektrolytlösungen für die Verchromung, das schon in einer Konzentration von 1 g/l die Ausscheidung und die Qualität des Chrombelages negativ beeinflusst, benutzen I. R. KLJAČKO und I. S. ŠČIPKOVA¹ das übliche Diphenylamin in konz. Schwefelsäure nach der Abtrennung von Chrom mit Ammoniak in Gegenwart von BaCl₂. Die Empfindlichkeit dieser Reaktion ist 0,002% NO₃⁻, der relative Fehler 3–5%, die Dauer der Bestimmung 30 min.

¹ Zavodskaja Laborat. **27**, 145 (1961) [Russisch]. Polygraphisches Inst., Moskau (UdSSR). L. SOMMER

Kleine Konzentrationen von Pyrosulfurylchlorid S₂O₅Cl₂ in Chlorsulfonsäure(I) bestimmt G. V. ZAVAROV¹ alkalimetrisch gemäß der Reaktion: $\text{S}_2\text{O}_5\text{Cl}_2 + 6\text{NaOH} \rightleftharpoons 2\text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{NaCl} + 3\text{H}_2\text{O}$ nach seiner Extraktion in Tetrachlorkohlenstoff. Die gleichzeitige teilweise Extraktion von (I) wird mit 100% Schwefelsäure [2 Vol auf 1 Vol (I)] erheblich vermindert. Die mögliche Umwandlung von S₂O₅Cl₂ in (I) mit der Schwefelsäure verläuft bei Zimmertemperatur während der Extraktion praktisch nicht. Bei Anwesenheit von SO₂Cl₂ in (I) geht diese auch in CCl₄ über und wird getrennt bestimmt². — *Ausführung.* 10 ml der technischen (I) wird in einer einfachen verschliffenen Extraktionsapparatur nach Zugabe von 20 ml 100%iger Schwefelsäure und 20 ml CCl₄ kräftig geschüttelt und nach Abtrennung der organischen Phase (Hauptextrakt) die Extraktion mit den gleichen Portionen von CCl₄ noch zweimal wiederholt und die Extrakte getrennt aufbewahrt. 25 ml der Extrakte werden dann mit 70 ml Wasser geschüttelt und nach 5 min die aliquoten Teile der wäßrigen Schicht mit 0,5 n Natronlauge auf Phenolphthalein titriert. Der Verbrauch an Lauge für den zweiten oder dritten Extrakt entspricht