ohne Störung möglich. Ähnlich liegen die Verhältnisse bei der Bestimmung von *Vanadium neben Mangan*. Bei der Bestimmung von *Kobalt neben Chrom* mit der Oxydationsperle stören 30 µg Chrom neben 10 µg Kobalt nicht, bei einem *Kobalt/Vanadiumgemisch* 45 µg Vanadium neben 9 µg Kobalt. 60 µg *Nickel* können bei 450 nm mit der Oxydationsperle neben ≤ 2 µg Chrom bzw. neben ≤ 5 µg Vanadium bestimmt werden.

¹ Mikrochim. et Ichnoanalyt. Acta (Wien) **1963**, 532–541. Inst. anorg. analyt. Chem., Bergakademie, Freiberg/Sachsen. — ² ACKERMANN, G., u. C. ALFERI: Mikrochim. Acta (Wien) **1961**, 390; vgl. diese Z. **189**, 207 (1962).

LISELOTT JOHANNSEN

Zur maßanalytischen Bestimmung von Hypobromit, Bromit und Bromat nebeneinander beschreiben M. H. HASHMI und A. A. AYAZ¹ ein einfaches und genaues Verfahren. Hierzu werden die Reaktionen von BrO^- , BrO_2^- und BrO_3^- mit J^- , von BrO^- mit NH_4^+ (zu N_2) und von BrO^- und BrO_2^- mit AsO_3^{3-} herangezogen. — *Arbeitsweise*. a) Zu 5 ml der Probemischung werden 3–4 g festes KJ und 10 ml 4 n Schwefelsäure gegeben. Man verdünnt die Lösung auf das Doppelte und titriert das freigesetzte Jod mit Thiosulfatmaßlösung gegen Stärke als Indicator. — b) Weitere 5 ml Probelösung gibt man zu einem Überschuß von $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ und etwa 1 g NaHCO_3 (pH 8–9), wartet 10 min und fügt dann 3–4 g festes KJ sowie 10 ml 4 n Schwefelsäure hinzu. Nach 5 min wird die Mischung auf das doppelte Volumen verdünnt und das freigesetzte Jod mit Thiosulfatmaßlösung titriert. — c) Zu 5 ml der Probemischung gibt man eine bekannte Menge einer 0,12 n Arsenitoxidlösung in 10%iger Natronlauge im Überschuß, wartet 5 min und setzt dann 4–5 g NaHCO_3 und soviel verdünnte Essigsäure zu, bis jeder Tropfen ein Aufbrausen verursacht. Anschließend wird mit Jodmaßlösung der As^{III} -Überschuß gegen Stärke als Indicator zurücktitriert. — d) 5 ml Probelösung werden zu einem $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -Überschuß und 1 g NaHCO_3 gegeben. Man wartet 10 min, fügt dann eine bekannte Menge As^{III} im Überschuß zu und titriert 5 min später mit Jodmaßlösung zurück. — Die Berechnung der im Gemisch vorhandenen Mengen Hypobromit, Bromit und Bromat wird nach folgendem Schema durchgeführt: $\text{BrO}^- \triangleq T_a - T_b$; $\text{BrO}_2^- \triangleq T_b - (T_a - A_c)$ oder $\text{BrO}_2^- \triangleq A_d$; $\text{BrO}_3^- = T_a - A_c$. Hierbei bedeuten T_a und T_b den Thiosulfatverbrauch nach a bzw. b, A_c und A_d den Arsenitverbrauch nach c bzw. d.

¹ *Anal. Chemistry* **35**, 908–909 (1963). West Reg. Labs., C. S. I. R., Lahore (Pakistan). D. KLOCKOW

Rhenium von Molybdän und Wolfram trennten D. I. RJABČIKOV, L. V. BORISOVA und JU. B. GERLIT¹ an Anionenaustauschern mit Elutionslösungen, die 0,5–0,8 m Natriumsulfat und 0,2 m Schwefelsäure enthalten. Mo und W bilden in Gegenwart von Sulfaten Komplexe anionischen Charakters, die an der Säule gebunden werden, Rhenium läuft dabei durch die Säule (siehe auch²). Die sorbierten Mo und W können leicht mit Lauge ausgewaschen werden. Die Durchlaufgeschwindigkeit soll 1 Tr./13–15 sec nicht überschreiten, die Dimensionen der Säulen mit Anionenaustauscher sowj. Marke (EDE-10) in Phosphatform waren $20 \times 0,6$ cm mit 50 mesh Korngröße. Die Trennfähigkeit der Säule wird bei Benutzung von gemischten Elektrolyten noch verbessert. Bei Anwendung einer Lösung von 0,2 m H_3PO_4 + 0,6 m Natriumsulfat wird die *völlige Abtrennung* von Rhenium schon mit 24–25 ml Lösung vollendet.

¹ *Ž. anal. Chim.* **17**, 890–892 (1962) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Vernadskij. Inst. f. Geoch. u. anal. Chem. d. Akad. d. Wiss., Moskau (UdSSR). — ² RJABČIKOV, D. I., u. L. V. BORISOVA: *Ž. anal. Chim.* **13**, 155, 492 (1958); vgl. diese Z. **165**, 364 (1959); **168**, 207 (1959). L. SOMMER