Scandium in Kohlenaschen bestimmen B. JA. KAPLAN und I. V. OL'SEVSKAJA¹ photometrisch mit Alizarin S² nach einer papierchromatographischen Trennung mit einem Gemisch von 100 ml Isoamylol, 100 ml Salzsäure (1:5), 100 ml 30%iger NH₄SCN-Lösung, 25 ml Benzol und 25 ml Aceton. Scandium wurde vorher als basisches Tartrat in Gegenwart von Yttriumsalz als Trägersubstanz³ abgetrennt. 400 mg Eisen in 100 ml stören dabei nicht. Al³⁺ stört aber die basische Tartratlösung und muß vorher als Aluminat abgetrennt werden. — *Ausführung.* 0,5 g Ascheproben werden mehrmals mit einem Gemisch von Schwefelsäure und Flußsäure zersetzt, die Lösung mehrmals zur Trockne abgeraucht, gegebenenfalls filtriert und der Rückstand am Filter mit Kaliumpyrosulfat aufgeschmolzen. Scandium wird mit konz. Natronlauge (bis zu 1–1,5% Konzentration in der Lösung) ausgefällt. Ist kein Eisen in der Probe, setzt man 20 mg Eisen als FeCl₃ zu. Der Niederschlag wird in Salzsäure aufgelöst und Scandium erneut mit 25 ml 40%iger Weinsäurelösung nach Zugabe von 25 mg Y₂O₃ als YCl₃ ausgefällt. Das basische Salz wird in 2 ml Salzsäure (1:2) aufgelöst und der aliquote Teil der Lösung an Papierstreifen 26 × 2 cm mit der organischen Phase der oben erwähnten Lösungsmittel chromatographiert. Der Fleck mit Scandium wird ausgeschnitten und in 25 ml-Meßkolben mit 10 Tr. Salzsäure (1:1), 10 ml H₂O, 1 ml 20%iger NH₂OH · HCl-Lösung ausgelaut und 3–5 min erwärmt. Danach werden 0,5 ml 0,1%ige Alizarin S-Lösung zugegeben und mit Ammoniak und 3 m Ammoniumacetatpuffer pH 3,5 eingestellt und zur Marke aufgefüllt. Das Verfahren ermöglicht es, bis zu 0,005% Sc₂O₃ in Aschen zu bestimmen.

¹ Zavodskaja Laborat. **29**, 26–27 (1963) [Russisch]. Zentrallab. der Geolog. Verwaltung, UdSSR. — ² EBERLE, A. R., u. M. W. LERNER: *Analyt. Chemistry* **27**, 1551 (1955); vgl. diese Z. **151**, 379 (1956). — ³ FISCHER, W., O. STEINHAUSER u. E. HOHMANN: diese Z. **133**, 57 (1951). L. SOMMER

Die Bestimmung von n-Paraffinen in Benzindestillaten aus Erdöl durch Trennung auf Molekularsieben untersuchten I. N. SAMSONOVA, S. P. ŽDANOV, N. N. BUNTAR', E. V. KOROMAL'DI und V. A. GOLUBEVA¹. Die Verf. verwenden poröses Glas Nr. 10 (aus einem K-B-Si-Glas durch Behandeln mit 3 n Salzsäure hergestellt) und einen synthetischen Zeolith CaA (5A Typus). Auf einer Trennsäule von 50–60 cm Länge und 10–12 mm Durchmesser mit 32 g des porösen Glases läßt sich n-Heptan von Isooctan und Methylcyclohexan trennen, Toluol wird aber auch sorbiert. Bei der Analyse von Standardlösungen mit 10–30% Heptan in Isooctan-Methylcyclohexan betrug der relative Fehler 0,5%. Für die Bestimmung von n-Paraffinen in Benzinfraktionen durch Trennung auf Zeolith empfehlen die Verf. folgende *Arbeitsweise*: Die Benzinfraktion wird mit 98%iger Schwefelsäure von Aromaten befreit, mit metallischem Natrium redestilliert und auf einer Rektifizierkolonne von 20 theor. Böden fraktioniert. Die einzelnen den Siedetemperaturen von n-Alkanindividuen entsprechenden Fraktionen werden dann auf einer Säule mit 10 g Zeolith CaA getrennt, der Gehalt an n-Paraffinen wird aus den Brechungsindizes nach BRASSEAU² berechnet. — Die Verf. untersuchen auch die Bestimmung von n-Heptan in Isooctan-Methylcyclohexan-Gemischen mit Hilfe der Methode nach NELSON³. Zur Trennung werden 10 g Zeolith in einem U-Rohr angewendet, die nicht sorbierten Kohlenwasserstoffe werden bei 100°C im Vakuum beseitigt. Der Gehalt an n-Heptan wird aus der Gewichtszunahme des U-Rohrs ermittelt. Der relative Fehler beträgt 0,5%, der Vorteil dieser Methode ist die kurze Analysendauer.

¹ Ž. prikl. Chim. **36**, 2502–2506 (1963) [Russisch]. Ždanov-Staats-Univ. u. Inst. f. Silicatechem., Akad. d. Wiss. Leningrad (UdSSR). — ² SCHWARTZ, R. D., and D. J. BRASSEAU: *Analyt. Chemistry* **29**, 1022 (1957); vgl. diese Z. **161**, 214 (1958). — ³ NELSON, K. H., M. D. GRIMES, and B. J. HEINRICH: *Analyt. Chemistry* **29**, 1026 (1957); vgl. diese Z. **161**, 215 (1958). M. PŘIBYL