Handel bezogenen Konzentraten fanden Verff. 98,0–104,8% des Soll-CTC-Gehaltes.

¹ J. Assoc. off. agric. Chemists **46**, 434–437 (1963). New Jersey Agric. Exp. Station, New Brunswick, N. J. (USA). — ² Science (Lancaster, Pa.) **125**, 25 (1957); vgl. diese Z. **158**, 143 (1957). K. SÖLLNER

Eine maßanalytische Methode mit spektralphotometrischer oder potentiometrischer Endpunktsbestimmung zur Analyse von Hydrazin/1,1-Dimethylhydrazin-Mischungen durch Titration mit Perchlorsäure in Eisessig beschreiben E. A. BURNS und E. A. LAWLER¹. Im Gegensatz zu anderen Verfahren gelingt es, die relative Standardabweichung für die Bestimmung eines 50:50-Gemisches aus Hydrazin und 1,1-Dimethylhydrazin von 4,4 auf 0,93 bzw. 0,69% herabzusetzen. Bei der spektralphotometrischen Methode werden unter Verwendung von Kristallviolett als Indicator die Titrationskurven bei 630 oder 590 nm registriert. Obwohl diese Endpunktsanzeige empfindlicher ist, empfehlen Verff. für Routineanalysen doch die potentiometrische Titration. Die pK_B -Werte für Hydrazin und 1,1-Dimethylhydrazin in Eisessig wurden zu 5,82 bzw. 6,10 bestimmt, wobei die notwendigen pH-Messungen auf den Eichwert 10,66 für eine 0,1 m Lösung von Natriumacetat in Eisessig bezogen wurden. — *Arbeitsweise.* 0,4 g Probe werden vorsichtig in einem 50 ml-Meßkolben mit 35 ml gekühltem Eisessig gelöst, bei Raumtemperatur mit Eisessig aufgefüllt und gemischt. Man überführt einen aliquoten Anteil von 5 ml in 75 ml Eisessig, setzt 1 ml 0,1%ige Kristallviolett-Lösung zu und titriert mit 0,1 n Perchlorsäure in Eisessig² die Gesamtalkalität unter Rühren mit einem Magnetprüher (Verbrauch A ml). Eine Indicatorblindprobe wird mit 75 ml Eisessig und 1 ml 0,1%iger Indicatorlösung ausgeführt (Verbrauch a ml). Ein zweiter aliquoter Anteil von 5 ml der Probelösung wird ebenfalls mit 75 ml Eisessig vermischt. Man setzt 2 ml Salicylaldehyd zu, rührt, und bestimmt 15 min später nach Zugabe von 1 ml Kristallviolett-Lösung mit 0,1 n Perchlorsäure in Eisessig die Restalkalität (Verbrauch B ml). Eine Blindprobe wird mit einer annähernd äquivalenten Menge des Hydrazin-Salicylaldehyd-Adduktes und 1 ml Indicatorlösung in Eisessig ausgeführt (Verbrauch b ml). Die Berechnung des Hydrazin- und 1,1-Dimethylhydrazingehaltes erfolgt nach: Prozent $N_2H_4 = 32,05 \cdot \frac{[(A-a) - (B-b)] \cdot N}{W}$

und Prozent 1,1-Dimethylhydrazin $= \frac{60,10 \cdot (B-b) \cdot N}{W}$, wobei N = Normalität der Perchlorsäure und W = Probeneinwaage in [g] ist.

¹ Analyt. Chemistry **35**, 802–806 (1963). Propulsion Sci. Div., Stanford Res. Inst., Menlo Park, Calif. (USA). — ² FRITZ, J. S.: Acid-Base Titrations in Nonaqueous Solvents, G. Frederick Smith Chemical Co., Columbus, Ohio 1952.

D. KLOCKOW

Die Titration von Bleistypnat in nichtwäßrigem Medium, führen S. K. SINHA, S. R. NATU und R. M. KULKARNI¹ durch. Da sich Bleistypnat (Bleisalz von 2,4,6-Trinitroresorcin) in nichtwäßrigen Lösungsmitteln wie eine Säure verhält, titrieren Verff. die Verbindung in absol. Äthylendiamin² mit einer Lösung von Natriummethylat in Benzol/Methanol³. Die Endpunktsindikation erfolgt potentiometrisch mit einer Kalomelektrode als Bezugs- und einer Antimon/Antimonoxidelektrode als Indicatorelektrode. 0,1–0,15 g Bleisalz in 30 ml Äthylendiamin werden mit 0,1 n Natriummethylatlösung unter Stickstoff titriert. Dabei sorgt ein Magnetprüher für gründliche Durchmischung. Während der Titration bildet sich ein gelber Niederschlag. Die Titrationskurve weist zwei Wendestellen auf, von