wird mit ÄDTA-Lösung bis zum scharfen Umschlag von Purpur nach Blau titriert. Zur Regeneration des Austauschers wird er 4–5 mal mit 60 ml 2 n Salzsäure, dann 2 mal mit 60 ml Wasser gespült. Anschließend kann er wieder zur Aufnahme der Probelösung vorbereitet werden.

¹ Analyt. Chemistry **32**, 58–60 (1960). Ledoux & Co., Teaneck, N. J. (USA).

R. ELLMER

Zur Bestimmung von Platin, Schwefel und Chlor in Crack-Katalysatoren, die etwa 1% Pt an Al_2O_3 enthalten, beschreiben A. L. CONRAD und J. K. EVANS¹ eine neue Methode. — *Arbeitsvorschrift*. Man trocknet die Probe 1 Std bei 110° C, wägt 0,1 g in einen Keramiktiegel (Leco IH-13), mischt mit etwa 1 g Aluminiumtrichlorid, setzt wenig Aluminiumoxyd (RR Alundum, 90 mesh, Norton Co.) und etwas mehr Eisenspäne (Leco Nr. 501–77) zu, bedeckt den Tiegel mit einem porösen Deckel und erhitzt in einem Induktionsofen. Die entweichenden Dämpfe werden durch einen auf 300° C gehaltenen Aufsatz in eine Waschflasche geleitet, die 100 ml Wasser und 10 ml konz. Salzsäure enthält. Zuletzt soll die Probe mehrere Minuten lang auf Weißglut erhitzt werden. Die Absorptionslösung wird dann auf 50 ml eingedampft, durch ein Whatman-Filter Nr. 42 in einen 100 ml-Meßkolben filtriert und mit Wasser zur Marke aufgefüllt. Einen aliquoten Teil, der 0,025 bis 0,15 mg Pt enthält, versetzt man in einem Scheidetrichter mit 2 ml konz. Salzsäure und extrahiert 30 sec lang mit 15 ml Chloroform und 10 ml 6% iger wäßriger Kupferronlösung. Die Chloroformschicht mit dem Eisen-Kupferron-Komplex wird entfernt, durch 15 sec langes Schütteln mit 15 ml Chloroform wird der Kupferronüberschuß weggenommen, und nach Zusatz von 2 Tr. konz. Salzsäure die Extraktion mit 15 ml Chloroform wiederholt. Man bringt den pH-Wert der Probelösung mit Natronlauge oder Salzsäure auf $2,2 \pm 0,05$, setzt 1 ml Pufferlösung vom pH 2,2 (50 ml 4 m Natriumacetatlösung + 53 ml 4 m Salzsäure) und 1 ml 0,5% ige absolut-alkoholische p-Nitrosodimethylanilinlösung zu, hält 20 min lang in ein siedendes Wasserbad, kühlt $5 \pm 0,2$ min in einem Wasserbad von 20° C, füllt mit dest. Wasser bei pH 2,2 auf 50 ml auf und photometriert bei 525 nm. — Werden die entweichenden Dämpfe in 100 ml konz. siedender Ameisensäure aufgefangen, so wird das Platin zum Metall reduziert und das Schwefeldioxyd läßt sich jodometrisch, das Chlorid argentometrisch bestimmen.

¹ Analyt. Chemistry **32**, 46–49 (1960). Standard Oil Co. (Ohio), Cleveland, Ohio (USA).

KLAUS BRODERSEN

Die Bestimmung von sehr kleinen Mengen Schwefel in Urantrioxyd, Natriumzirkonylfluorid und Flußsäure führen R. P. LARSEN, L. E. ROSS und N. M. INGBER¹ durch. Beim Schmelzen mit Vanadiumpentoxyd wird SO_3 freigesetzt, das über Kupfer bei 950° C zu SO_2 reduziert wird. Das SO_2 wird in Natriumtetrachloromercurat absorbiert und mit Pararosanilin und Formaldehyd spektrophotometrisch bestimmt. Die Empfindlichkeit der Bestimmung kann noch gesteigert werden, wenn man das SO_2 direkt in dem Pararosanilin-Formaldehydgemisch absorbiert². — *Arbeitsweise*. Die Zersetzung wird in einem Quarzrohr von 53 cm Länge und 19 mm $\varnothing$ vorgenommen. Am Auslaß des Rohres ist eine 15 cm lange Zone mit Kupferringen, die vorher mit Aceton gewaschen worden sind, beschickt. Diese Zone wird mit einem 20 cm-Ofen auf 950° C erhitzt. Die Probe mit 2–8 μg S wird in ein Quarzschiffchen ($76 \times 11 \times 10$ mm, mit konz. Salzsäure gereinigt) eingewogen, das eine Schicht aus geschmolzenem V_2O_5 enthält. Man bedeckt die Probe mit weiterem V_2O_5 und schiebt das Schiffchen so in das Rohr ein, daß es 3 cm vom Ofen entfernt steht. (Das verwendete Vanadiumpentoxyd ist vorher über Nacht auf 1000° C erhitzt und dann gemörsert worden. Es wird zum Schmelzen wiederum auf über 1000° C erhitzt.) Durch die Apparatur leitet man zunächst