Tetraphenylphosphonium- und Tetraphenylstibonium-Chloride als analytische Reagentien. Nach H. H. WILLARD und L. R. PERKINS¹ werden mit *Tetraphenylphosphoniumchlorid* bei Gegenwart von Kochsalz *Zinn(IV)*, *Cadmium* und *Quecksilber* als Chlorokomplexe quantitativ gefällt. Man titriert den Reagensüberschuß potentiometrisch mit Jodlösung zurück, wobei sich $(C_6H_5)_4PJ_3$ bildet. Auch *Pernanganat*, *Perrhenat* und *Perchlorat* bilden mit dem Tetraphenylphosphonium-Kation in Wasser unlösliche Fällungen. Nach Abfiltrieren kann direkt gewogen oder titrimetrisch der Reagensüberschuß ermittelt werden. Für *Perjodat* ist nur die titrimetrische Methode anwendbar. Die Genauigkeit der Bestimmungen liegt bei $\pm 0,06$ mg. Wahrscheinlich lassen sich auch *Platin*, *Tellur(IV)*, *Thallium(III)* und *Technetium* so bestimmen. Es stören nicht: Alkalien und Erdalkalien, Al, MnII, CrIII, Ni, Co, Zr, Sulfat, Borat, Phosphat, Carbonat, Acetat, Tartarat und Citrat. Mehr oder weniger vollständig gefällt werden: Persulfat, Borsäure, Chromat, Molybdat, Wolframat, Rhodanid, Jodid sowie Zn, Fe, Au, Sb, Bi, Ti, UO_2^{++} . — Ähnlich werden auch *Fällungen mit Tetraphenylstiboniumchlorid* gebildet. *Pernanganat* und *Perchlorat* sind quantitativ bestimmbar. Alle Salze lösen sich in Chloroform. — Zur Fällung macht man in fast allen Fällen die Lösung 4 m an NaCl. Die Temperatur soll während der Fällung nicht über 30° C steigen. Man verwendet eine 0,01 m Lösung von $(C_6H_5)_4PCl$ und läßt mehrere Stunden vor der Filtration stehen. — Die Verfahren mit Tetraphenylphosphoniumchlorid sind den bereits beschriebenen² mit Tetraphenylarsoniumchlorid so ähnlich, daß in vielen Fällen nur die nötigen Abänderungen angegeben wurden. K. BRODERSEN.

Darstellung und Eigenschaften der 2(2-Oxy-3,6-disulfo-1-naphtylazo)-benzolarsonsäure, welche unter den Namen *Thorin*, *Thoron* und *Naphtarson* zur colorimetrischen *Mikrobestimmung von Thorium* verwendet wird³, beschreiben D. W. MARGERUM, C. H. BYRD, S. A. REED und CH. V. BANKS⁴. Bei der gegenüber V. I. KUZNECOV⁵ verbesserten Darstellungsmethode (Ausbeute 33%) wird in einer ersten Reaktionsstufe durch Kuppeln von 2-Nitranilin mit Dinatriumhydrogenarsenit 2-Nitrobenzolarsonsäure erhalten, die in einer zweiten Stufe mit einem Überschuß gesättigter $FeCl_2$ -Lösung zur 2-Aminobenzolarsonsäure reduziert wird. Diese wird in einer dritten Reaktionsstufe mit dem Dinatriumsalz der 2-Naphthol-3,6-disulfosäure (R-Salz) zum Endprodukt gekoppelt, wobei man je nach den Kristallisationsbedingungen das Mono- bis Pentanatriumsalz in einer Reinheit von über 99% erhalten kann. Die Farbe wechselt mit dem Natriumgehalt vom Orange des Mono- über leuchtend Rot beim Tri- zu Rostrot beim Pentanatriumsalz. — Für die Dissoziationskonstanten der beiden H der Arsensäuregruppe (K_3 und K_4) und die Dissoziationskonstante des Naphtholwasserstoffs (K_5) wurden folgende Werte festgestellt: $pK_3 = 3,7$; $pK_4 = 8,3$; $pK_5 = 11,8$. G. DENK.

Über Acetylaceton als Extraktions- und Trennungsmittel in der analytischen Chemie stellten J. F. STEINBACH und H. FREISER⁶ Versuche an. Aus den Gleichgewichtsextraktionskurven für *Kupfer*, *Zink* und *Beryllium* wurden die Verteilungs-

¹ Analyt. Chemistry **25**, 1634—1637 (1953). Univ. Ann Arbor, Mich. (USA).

² WILLARD, H. H., u. T. M. SMITH: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **11**, 186, 269, 305 (1939).

³ Vgl. P. F. THOMASON, M. A. PERRY and W. M. BYERLY, Analyt. Chemistry **21**, 1239 (1949); CH. V. BANKS and C. H. BYRD, Analyt. Chemistry **25**, 416 (1953); vgl. diese Z. **132**, 124 (1951); **144**, 227 (1955).

⁴ Analyt. Chemistry **25**, 1219—1221 (1953). State College, Ames, Iowa (USA).

⁵ Ž. obšč. Chim. (J. allg. Chem.) **14**, 914 (1944) [Russisch]; vgl. diese Z. **132**, 124 (1951).

⁶ Analyt. Chemistry **25**, 881—884 (1953). Univ. Pittsburgh, Pa. (USA).