Kobalt) zum Aufschlußmittel kann man auch verschiedene Nebenbestandteile der Erze (Eisen, Mangan und Zinn) bestimmen.

¹ Arch. Eisenhüttenwes. **33**, 17–22 (1962). Lab. Elektrometallurgie mbH, Zentrale Forschung Nürnberg. A. DORNEMANN

Die Analyse von Eisenoxid (Fe_2O_3) auf insgesamt 23 Elemente führen O. F. DEGTJAREVA, N. V. FEDJAEVA und M. F. OSTROVSKAJA¹ spektrographisch nach einem Destillationsverfahren durch. Das mit spektralreinem Graphit im Verhältnis 10:1,2 vermischte und mit je 2 ml Gold- und Silberlösung auf 10 g Einwaage (HAuCl_4 , 10 mg Au/ml sowie AgNO_3 , 0,02 mg Ag/ml; beide Elemente dienen als innerer Standard) versetzte Probegut wird in Kohlebecher (3 mm $\varnothing$ der Öffnung, 6 mm Tiefe, Querkanal von 1 mm $\varnothing$) eingefüllt. Diese werden in die Backen (ebenfalls Kohle) eines Verdampfers eingeklemmt. 1,5–2 mm über den Kohlebechern bringt man als Auffanggefäß für die Destillation eine Kohlekapsel von 6 mm $\varnothing$ und 12 mm Länge an. Man erhitzt etwa $1\frac{1}{2}$ min auf 1400°C , hebt die Kapsel, bedeckt den Kohlebecher mit einem Kohlezylinder und erhöht die Temperatur auf 1500°C . Sobald aus den seitlichen Bohrungen des Kohlebeckers keine Funken mehr austreten, entfernt man den Deckel, bringt die Kohlekapsel wieder in den früheren Abstand und erhitzt jetzt auf 1900°C . Der ganze Verdampfungsvorgang erfordert etwa 5 min. Nach den Untersuchungen der Verff. zerfällt im Temperaturgebiet von 1500°C in reduzierender Atmosphäre das Fe_2O_3 stark, während eine Anreicherung von Verunreinigungen nicht stattfindet. Aus diesem Grunde wird die Destillation in den beschriebenen drei Schritten durchgeführt. Die Kapseln mit dem Konzentrat der Verunreinigungen führt man direkt der Spektralanalyse zu. Sie werden paarweise als obere und untere Elektrode der Anregung verwandt. Die mitgeteilten Analysenlinien für Ba, In, Zn, Ca, Sn, Cu, Mo, Be, Al, Ni, Bi, Mg, Mn, Se, Pl, As, Cd, B, Cr, Si, Na, Li, K und erfaßten Konzentrationen bieten keine Besonderheit.

¹ Zavodskaja Laborat. **27**, 842–844 (1961) [Russisch].

S. ECKHARD

Zur Titanbestimmung in Schlacken, Ferrotitan, Ilmenit und ähnlichen Materialien schlagen B. BIEBER und Z. VEČEKA¹ die Rücktitration von überschüssig zugegebenem ÄDTA in saurer, H_2O_2 -haltiger Lösung mit $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ -Lösung und Xylenolorange als Indicator vor. Das Verfahren hat gegenüber allen bisher benutzten den Vorteil eines scharfen Umschlages. — *Ausführung.* Zu etwa 100 ml TiIV -Lösung (am besten Sulfatlösung) werden 1–2 ml 30%ige H_2O_2 -Lösung und überschüssige 0,05 m ÄDTA-Lösung gegeben. Unter Kühlung wird mit verd. Ammoniak neutralisiert, mit Essigsäure eben angesäuert und 1–2 ml davon im Überschuß zugefügt. Dann wird Xylenolorange (Gemisch mit NaCl 1:100) zugegeben und unterhalb 20°C mit 0,05 m Wismutnitratlösung zum Umschlag von Gelb nach Rot titriert. Bei Titrationen von 0,5–60,0 mg Ti mit 0,05 m Maßlösung war die mittlere Abweichung $\pm 0,24$ mg Ti (Vertrauensbereich 95%). Bei der praktischen Anwendung des Verfahrens auf die obengenannten Materialien ist es günstig, Ti als Kupferronat aus schwach saurer Lösung mit Äther zu extrahieren. Von den störenden Elementen geht nur FeIII mit, jedoch ist die Simultanbestimmung möglich. Dazu wird der ätherische Auszug mit Salpetersäure zersetzt und in der erhaltenen Lösung zunächst Fe bei 70°C mit ÄDTA gegen Sulfosalicylsäure, dann Ti bei $<20^\circ\text{C}$ unter den angegebenen Bedingungen titriert. Bei Titrationen von Gemischen aus 1,3–64,8 mg Ti und 28,9–57,9 mg Fe (Ti: Fe = 1:50 bis 2:1) mit 0,05 m Maßlösung war die mittlere Abweichung $\pm 0,35$ mg Ti bzw. $\pm 0,24$ mg Fe.

¹ Collect. czechoslov. chem. Commun. **26**, 2081–2084 (1961). Staatl. Forschungsinst. f. Material und Technology, Brno (ČSSR). H. BAUER