einen mit 0,1 m Natriumtetrachloromercurat³ gewaschenen Stickstoffstrom 10 min lang (80 ml/min). Dann schließt man das Absorptionsgefäß, einen 10 ml-Meßkolben mit 5 ml 0,1 m Natriumtetrachloromercuratlösung, an, zieht über den Teil des Rohres mit dem Schiffchen ein Platindrahtnetz und erhitzt das Rohr mit einem Mekerbrenner auf 900–950° C. Dabei erhitzt man langsam in 10 min auf den Ofen zu und glüht dann noch 20 min. Danach wird die Mündung des Verbrennungsrohres mit Absorptionsflüssigkeit abgespült und die colorimetrische Bestimmung vorgenommen. Dazu gibt man zur Absorptionslösung 1 ml 0,04%ige Pararosanilnölösung und 1 ml 0,2%ige Formaldehydlösung und füllt mit 0,1 m Natriumtetrachloromercuratlösung auf 10 ml auf. Nach 25 min wird die Extinktion in 1 cm-Zellen gegen eine Blindprobe bei 560 nm im Beckman-Spektrophotometer, Modell B, gemessen. Das Beersche Gesetz ist über 4 µg S/10 ml nicht mehr exakt erfüllt. Eine Eichkurve wird für 0,5–8 µg S aufgestellt. — Bei der *Bestimmung in Flußsäure* pipettiert man eine geeignete Menge mit einer Plastikpipette in das Quarzschiffchen und bringt mit 0,5 ml Bromwasser auf einem Phosphorsäurebad bei 120° C zur Trockne. Dann gibt man Vanadiumpentoxid in das Schiffchen und verfährt wie oben. — *Natriumzirkonylfluorid* wird zunächst feingepulvert mit Vanadiumpentoxid im Luftstrom erhitzt⁴. Die Wasserstoffperoxydabsorptionslösung, in der SO₃ und HF aufgefangen werden, wird in einem Platinschiffchen auf dem Phosphorsäurebad bei 120° C zur Trockne gebracht. Den Rückstand überführt man mit wenig Wasser in ein Quarzschiffchen und behandelt weiter wie Flußsäure.

¹ *Analyt. Chemistry* **31**, 1596–1597 (1959). Argonne Nat. Lab., Lemont, Ill. (USA). — ² HELWIG, H. C., u. C. L. GORDON: *Analyt. Chemistry* **30**, 1810 (1958); vgl. diese Z. **169**, 208 (1959). — ³ WEST, P. W., u. G. C. GAEKE: *Analyt. Chemistry* **28**, 1816 (1956); vgl. diese Z. **157**, 459 (1957). — ⁴ HAGERMAN, D. B., u. R. A. FAUST: *Analyt. Chemistry* **27**, 1970 (1955); vgl. diese Z. **153**, 131 (1956).

MARGOT ZIMMERMANN

Über die vollständige Spektralanalyse von feuerfestem keramischem Material berichten N. V. SEMKINA und A. B. ŠAEVIČ¹. Die von ihnen ausgearbeitete Methode ermöglicht innerhalb 1 Std die gleichzeitige Bestimmung von SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, TiO₂, CaO und MgO, sowie (unter veränderten Bedingungen) auch von Na₂O und K₂O. Zuerst werden mit Hilfe innerer Standards alle Komponenten bis auf SiO₂ und Al₂O₃ bestimmt und danach SiO₂ und Al₂O₃ rechnerisch abgeschätzt. Diese Abschätzung dient zur genauen Bestimmung von SiO₂ und Al₂O₃, indem man die Bedingungen für eine gewünschte Konzentrationsempfindlichkeit einstellt. Die Probe wird mit Graphit und 10% CoO vermennt (Kobalt dient als Vergleichselement), und zwar im Verhältnis 1:3. Für die Alkalibestimmung wird die Probe zusätzlich im Verhältnis 1:3:2 mit Lithiumcarbonat als Vergleichselement versetzt. Auf analoge Weise werden synthetische Standarde hergestellt. Die Pulver werden auf eine Kohlenelektrode im Bogen bei 6 A abgefunkt, bzw. bei 3 A für Alkalimetalle. Die Auswertung der aufgenommenen Spektren geschieht nach der Methode dreier Standarde. Der mittlere quadratische Fehler beläuft sich auf ~3 relat.-% bei Fe₂O₃, TiO₂, CoO, MgO, Na₂O und K₂O. Bei SiO₂ beträgt er ~1,5%, bei Al₂O₃ ~2,5%.

¹ Zavodskaja Laborat. **25**, 1465–1467 (1959) [Russisch]. Inst. f. Schwarzmatalle, Ural (UdSSR). O. GAUTSCH

Zur Bestimmung kleiner Chloridgehalte in Gläsern verwenden J. JENEMANN und G. ZIMMERMANN¹ die Rhodanidmethode, bei der das Chloridion aus Hg(CNS)₂ Rhodanid in Freiheit setzt, das mit überschüssigem Fe³⁺ die bekannte Farbreaktion gibt, die photometrisch ausgewertet wird. Das beschriebene Verfahren gestattet,