

und in Messingbolzen befestigt. Dadurch wird vermieden, daß die Kontaktstellen zu heiß werden. Die Heizspiralen sind in ein Gehäuse eingebaut, das aus wasserhaltigem Calcium-Aluminiumsilicat (durch Fräsung) hergestellt und bei 2000° F getrocknet worden ist. Zur Erhöhung der Ofentemperatur sind die Ofenschalen innen mit Platinfolien ausgelegt, die als Reflektor dienen.

<sup>1</sup> Microchemic. J. **5**, 193—213 (1961). Amer. Cyanamid Co., Stamford, Conn. (USA).  
G. KAINZ

**Eine schnelle Mikrobestimmung von Stickstoff in fluorhaltigen Verbindungen** gelingt nach G. KAKABADSE und B. MANOHIN<sup>1</sup> durch eine modifizierte Dumas-Verbrennungsmethode. Ein 1 m langes, mit Kupferoxid-Kupfer gefülltes Verbrennungsrohr wird durch 2 Verbrennungsöfen beheizt. Wasserstoffperoxid dient als intermittierende Quelle für Sauerstoff, welcher durch einen kontinuierlichen Kohlendioxidstrom in die Apparatur eingeführt wird und eine quantitative Verbrennung gewährleistet. Die genaue Beschreibung des Verfahrens entnehme man der Originalarbeit (2 Abb., 34 Literaturzitate).

<sup>1</sup> Analyst **86**, 512—517 (1961). Dept. Chem., College Sci. Technol., Manchester (England).  
H. GARSCHAGEN

**Zur direkten Titration von hydrolysierbarem Schwefel in organischen Verbindungen** empfiehlt M. WROŃSKI<sup>1</sup>, die von ihm in früheren Arbeiten<sup>2</sup> beschriebene Reaktion mit o-Hydroxymercuribenzoessäure in schwach saurem Medium. — *Arbeitsweise für Phenyl- oder Äthylmonothiocarbaminat, Dithiocarbaminat, β-Aminoäthyl- oder β-Hydroxyäthylthiocarbaminat, Diphenylharnstoff und Rubeanwasserstoffsäure.* Die Probe wird mit 5 ml 1 n Natronlauge versetzt und auf 30 bis 50 ml mit Wasser (bei wasserunlöslichen Proben mit Methanol) verdünnt. Man titriert mit 0,001—0,05 n o-Hydroxymercuribenzoessäurelösung unter Verwendung von Thiofluorescein (Verschwinden der blauen Farbe) oder Dithizon (Umschlag von Gelb nach Rot) als Indicator. Die günstigste Titrationstemperatur liegt bei 30—40° C, jedoch kann auch bei 20—25° C titriert werden. — *Arbeitsweise für Äthyl-, Phenyl- oder Benzylthiocarbaminat.* Nach Versetzen mit 5 ml 1 n Natronlauge wird mit Wasser auf 50 ml verdünnt, 5—20 ml Toluol zugegeben und bei 20° C mit 0,001—0,05 n o-Hydroxymercuribenzoessäurelösung unter Verwendung von Thiofluorescein als Indicator titriert. Nach jeder Zugabe der Maßlösung wird kräftig geschüttelt. Der Endpunkt ist erreicht, wenn die blaue Farbe mindestens für 30 sec verschwindet. — Thioharnstoff, Äthylxanthogenat, o-Phenylthioharnstoff, Mercaptobenzthiazol, Thiosulfate, Rhodanide und Sulfite stören nicht oder nur wenig. — Die vom Verf. geprüften Verbindungen wurden zu 98,5—100% wiedergefunden.

<sup>1</sup> Analyst **86**, 543—544 (1961). Dept. chem. Technol., Univ. Łódź (Polen). — <sup>2</sup> WROŃSKI, M.: Chem. analyst. (Warszawa) **5**, 101 (1960). — Analyt. Chemistry **32**, 133 (1960); vgl. diese Z. **177**, 367 (1960); **182**, 442 (1961). H. GARSCHAGEN

**Über die gleichzeitige Bestimmung von Halogenen und Schwefel in organischen Verbindungen** berichten K. YOSHIKAWA und T. MITSUI<sup>1</sup>. Die Probe wird im Sauerstoffstrom an einem Platin-Katalysator verbrannt. Halogen und Schwefeldioxid werden an Silberwolle absorbiert, die Gewichtszunahme der Silberwolle entspricht der Summe Halogen + Schwefel (Sulfat). Sodann wird die Silberwolle in einer gemessenen Menge Schwefelsäure bei 8 V und 0,3 A elektrolysiert (Gegenelektrode: Silber). Das extrahierte Silbersulfat wird mit 0,005 m ÄDTA-Lösung titriert.

<sup>1</sup> Jap. Analyst **10**, 723—727 (1961) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.)  
Dept. Agric. Chem., Coll. Agric., Kyoto Univ. (Japan).  
G. KAINZ