

allen der 26 untersuchten Metallionen um pH 1 liegt, weicht er bei Lanthan(III), Cadmium(II) und Kobalt(II) ab. Calcium(II), Strontium(II), Barium(II), Palladium(II), Iridium(IV) und Platin(III) geben keine Reaktion. Die Ergebnisse dieser Arbeit sind in ausführlichen Tabellen wiedergegeben.

<sup>1</sup> Mikrochim. Acta (Wien) **1963**, 1027–1032. Inst. anorg. u. analyt. Chem., Univ. Graz (Österreich). LISELOTT JOHANNSEN

**Über Eigenschaften und analytische Anwendungsmöglichkeiten des Eisen(II)-2,2'-bipyrimidinkomplexes** berichten D. D. BLY und M. G. MELLON<sup>1</sup>. Eisen bildet mit 2,2'-Bipyrimidin (I) bei pH 3,0–6,0 mehrere Komplexe, in denen das Verhältnis I:Fe<sup>II</sup> von 3:1 bis 1:2 variiert; der am intensivsten gefärbte Komplex hat in wäßriger Lösung die Zusammensetzung 3:1. Eisen wird im Komplex nur von einem der beiden Stickstoffpaare 1,1' und 3,3' gebunden. Die Verf. stellten Vergleiche mit den analogen 2,2'-Bipyridin- (II) und 1,10-Phenanthrolinkomplexen (III) an (I muß in 250-fachem molarem Überschuß, die beiden anderen nur in 4-fachem Überschuß vorliegen). Die Absorption wird bei 490 nm gemessen. Das molare Absorptionsvermögen  $a_m$  von I beträgt 5,350, das von II 8,550 und von III 10,900. Beers Gesetz wird für 1–10 ppm Eisen in Gegenwart eines 250-fachen molaren Überschusses an I befolgt. Einige Ionen stören, andere bilden Niederschläge, die vor der Messung erst abfiltriert werden müssen. Die Standardabweichung beträgt  $\pm 0,00118$ . — *Ausführung.* Zur Analyse eines Borsilicatglases mit einem Gehalt von 0,2–2 mg Eisen wird die trockene, feinerzkleinerte (200 mesh) Probe in einem Platinschälchen erst mit 15 ml und dann mit 10 ml 1:1 Flußsäure zur Trockne eingedampft, darauf das SO<sub>3</sub> mit 1 ml konz. Schwefelsäure und 5 ml konz. Flußsäure abgeraucht; der Rückstand wird dann mit 10 ml konz. Salzsäure bis zum halben Volumen eingeeengt, mit dest. Wasser zum Sieden erhitzt und die Lösung eventuell abfiltriert. Von dem auf 100 ml ergänzten Filtrat pipettiert man eine 25 ml-Probe ab, fügt 4 ml 0,8 m Natriumacetat/Essigsäurepuffer und zur Reduktion von Fe<sup>III</sup> 6 ml 10% ige Hydroxylaminhydrochloridlösung zu. Dann stellt man mit verd. Ammoniak bzw. Salzsäure pH  $4,5 \pm 0,5$  ein, fügt 10 ml 2,0% iges Reagens zu, ergänzt auf 50 ml und mißt die Absorption bei 490 nm.

<sup>1</sup> Analyt. Chemistry **35**, 1386–1392 (1963). Dept. Chem. Purdue Univ., Lafayette, Ind. (USA). LISELOTT JOHANNSEN

**Chinolin-8-selenol** wird von E. SEKIDO, QU. FERNANDO und H. FREISER<sup>1</sup> als neues chelatbildendes Reagens eingeführt. Aus 2 m salzsaurer Lösung oder bei höherem pH erhält man folgende Niederschläge: Kupfer(I) braun; Silber, Zink Cadmium, Thallium(I), Blei(II) orange; Quecksilber(II) grüngelb; Indium, Thallium(III), Zinn(II), Antimon(III), Wismut, Wolfram(VI) und Iridium(III) gelb; Molybdän(VI) braunschwarz; Kobalt(II), Rhodium(III), Palladium(II) rotbraun. Bei pH 2 bilden sich folgende Niederschläge: Eisen(II) und Eisen(III) braunschwarz; Nickel(II) violett-schwarz; bei pH 5: Vanadium(V) gelb. Beryllium, Magnesium, Calcium, Barium, Quecksilber(I), Aluminium, Cer(III), Zirkonium, Arsen(III), Thorium und Uran(VI) bilden überhaupt keine Niederschläge. Aus Chloroformlösung erfolgt Extraktion von Quecksilber(II), Blei(II), Molybdän(VI) und Iridium bei pH >2, von Cadmium bei pH >3, von Thallium(I) und Thallium(III)  $\geq 5$  und Vanadium(V) bei pH 10. Selenoxin und 8-Mercaptochinolin reagieren — im Gegensatz zu 8-Hydroxychinolin — nicht mit Erdalkalien. — *Reagens.* Man diazotiert 8-Aminoquinolin, setzt es mit Kaliumselenocyanat um und hydrolysiert es. Die äthanolische Lösung ist rot, die Chloroformlösung blauviolett.

<sup>1</sup> Analyt. Chemistry **35**, 1550 (1963). Dept. Chem. Univ. Arizona, Tucson, Ariz. (USA). LISELOTT JOHANNSEN