

der in dem Meßkolben befindlichen Lösung zugesetzt. Ferner werden 5 ml der 20%igen Malonsäurelösung und 25 ml des gepufferten Farbreagens zugesetzt. Sodann füllt man auf 100 ml auf und colorimetriert nach 30 min in einem photoelektrischen Colorimeter unter Verwendung eines Blaufilters.

Die Bestimmung des Kupfers in Magnesiummetall wird in fast gleicher Weise ausgeführt, mit dem Unterschied, daß nur 5 ml gepuffertes Farbreagens verwendet werden. Man wartet 60 min bis zur Farbmessung.

Der Zusatz von Malonsäure verhindert den störenden Einfluß von Al und Fe. Phosphate, Sulfate, Perchlorate und Chloride in Mengen von 1 g stören nicht. Die Methode ist geeignet für Lösungen, die neben Cu noch Al, Zn, Mn, Fe, Cd und Ni in den Mengen enthalten, wie sie in Magnesiumlegierungen vorkommen.

Die Anwendbarkeit des Verfahrens für die Kupferbestimmung in Eisen- und Nichteisenlegierungen sowie in biologischem Material wird untersucht.

F. MEYER-WILDHAGEN.

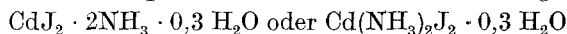
**Cadmium.** Der Nachweis von Cadmium als *Sulfid* ist nach E. VAN DALEN und G. DE VRIES<sup>1</sup> besonders empfindlich und spezifisch, wenn man die Reaktion als Tüpfelreaktion ausführt.

Die durch Kupfer blau gefärbte Lösung wird in ganz kleinen Anteilen mit Kaliumcyanidlösung versetzt, bis die Färbung eben verschwunden ist. Ein Überschuß an Kaliumcyanid muß vermieden werden, so daß also bei Abwesenheit von Kupfer gar kein Kaliumcyanid zugegeben werden darf. Dann bringt man einen Tropfen 10% iger Natriumsulfidlösung auf Filtrierpapier und läßt hierauf aus einer Capillare einen Tropfen der zu prüfenden Lösung einsaugen. Der bei Gegenwart von Cadmium auftretende gelbe Fleck bildet, wenn noch Spuren Quecksilber, Wismut oder Blei nach den vorangegangenen Trennungen zugegen sind, eine gelbe Zone um den von diesen Metallen verursachten dunklen Fleck.

Zum Nachweis von Cadmium neben Kupfer entfernen P. C. GAINES und R. WOODRIFF<sup>2</sup> das Kupfer durch Reduktion mit Natriumhyposulfit  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$  in ammoniakalischer Lösung. Durch Erhitzen der reduzierten Lösung wird das ausgeschiedene Kupfer leicht filtrierbar. Für 0,5 g Kupfer sind etwa 2 g Reduktionsmittel erforderlich. Andere Elemente der 2. Gruppe außer Arsen stören nicht.

A. EICHLER.

Über einen spezifischen Nachweis des Cadmiums berichtet A. A. KOMAROVSKAJA<sup>3</sup>. Bei Zugabe von gesättigter Kaliumjodidlösung und konzentriertem Ammoniumhydroxyd zu einer verdünnten Cadmiumsalzlösung wird ein Komplexsalz von der Zusammensetzung:



gebildet, das als ein weißer Niederschlag ausfällt. Die Bestimmung kann auch in Gegenwart anderer Kationen, mit Ausnahme von Pb, Sb und As erfolgen.

Die zu untersuchende Lösung wird mit feinen Eisenspänen 2–3 min gekocht und dann filtriert. Das Filtrat wird mit 5 ml konzentriertem Ammoniumhydroxyd und 0,5–1 ml 3%igem Wasserstoffperoxyd versetzt, erwärmt und filtriert. Zum

<sup>1</sup> Analytica Chimica Acta **3**, 567 (1949).

<sup>2</sup> J. Chem. Educat. **26**, 166 (1949).

<sup>3</sup> Ž. Obšč. Chim. (J. allg. Chem.) **19**, 1459 (1949) [Russisch].

Filtrat werden 0,5 g Kaliumjodid zugegeben, die Lösung wird geschüttelt und nach 7—10 min filtriert. Der Niederschlag wird auf dem Filter mit wenig 2 n Salpetersäure gelöst. Durch die saure Lösung ( $p_H = 3$ ) wird  $H_2S$  geleitet. Die Bildung eines kanariengelben Niederschlages oder einer gelben Färbung weist auf die Gegenwart von Cadmium hin.  $2,3 \cdot 10^{-4}$  g Cd/ml können auf diese Art noch erkannt werden. Dauer der Analyse 20 min.

A. TROFIMOW.

Für die colorimetrische (spektrophotometrische) Bestimmung kleiner Mengen von Bor haben G. H. ELLIS, ELIZABETH G. ZOOK und O. BAUDISCH<sup>1</sup> aus 60 geprüften Verbindungen 1,1'-Dianthrimid (Dianthrachinoylamin) als die geeignetste gefunden. Eine Herstellungsmethode für das Reagens geben A. ECKERT und K. STEINER<sup>2</sup> an. Es wird als 0,02% ige Lösung in konz. Schwefelsäure verwendet und gibt mit Borsäure Blaufärbung, deren Absorptionsmaximum bei der Wellenlänge 620 m $\mu$  liegt und deren Konzentrationsabhängigkeit dem BEER'schen Gesetz folgt. Die Reaktion kann in Porzellan- und alkalibeständigen Glasgeräten, nicht aber in Platingeräten ausgeführt werden, in denen das Reagens rasch dunkel wird. Bei Zimmertemperatur wird die größte Farbtiefe nur sehr langsam erreicht, auch bei 90° tritt sie erst nach 3 Std ein.

*Bestimmung in pflanzlichem Material nach nasser Veraschung:* 25—50 mg der feinst zerkleinerten Probe werden in einem alkalibeständigen Reagensglas mit 2 ml konzentrierter Schwefelsäure und etwa 10 mg festem Calciumhydroxyd versetzt. Wenn beim Erhitzen Verkohlungen eingetreten ist, kühlt man ab, gibt 1 Tropfen konzentriertes Wasserstoffperoxyd zu und erhitzt, bis Schwefelsäuredämpfe entweichen. Nach 3—4 maligem Wiederholen ist die Lösung farblos. In je 1 weiteres Reagensglas gibt man Borsäurestandardlösung mit 0,5, 1,5 und 3  $\gamma$  Bor sowie 1 ml 0,1 n Calciumhydroxydsuspension und bringt bei 125° im Trockenschrank zur Trockene. Zu diesen Standardproben sowie einem Blindversuch fügt man 2 ml 0,07 n Schwefelsäure und 10 mg Calciumhydroxyd und behandelt genau wie die Proben weiter. Alle diese Reagensgläser werden dann im Trockenschrank von den letzten Resten Feuchtigkeit befreit, mit 5 ml 0,02% iger 1,1-Dianthrimidlösung in konzentrierter Schwefelsäure versetzt, 3 Std auf 90° erwärmt, im Exsiccator erkalten gelassen und mit 5 ml konzentrierter Schwefelsäure versetzt. Die entstandenen Färbungen sind einige Stunden haltbar. Man mißt bei 620 m $\mu$  die Absorption im Vergleich gegen die Blindprobe.

Die 0,02% ige Dianthrimidlösung wird aus einer 0,4% igen Stammlösung in konzentrierter Schwefelsäure durch Verdünnen mit konzentrierter Schwefelsäure jeweils frisch hergestellt.

A. EICHLER.

Zum qualitativen Nachweis von Thallium benützen C. W. SILL und H. E. PETERSON<sup>3</sup> die von P. PRINGSHEIM und H. VOGELS<sup>4</sup> gemachte Beobachtung, daß einwertiges Thallium im Ultraviolettlicht von 2500 Å in Gegenwart überschüssiger Chlor-Ionen hellblaue Fluoreszenz zeigt.

Störend wirken viele Metalle und Säuren, von denen man durch Extraktion mit Dithizon aus ammoniakalischer Citrat-Cyanidlösung trennt, da bei einer Natriumcarbonat-Natronlauge-Trennung kleine

<sup>1</sup> Analytic. Chemistry **21**, 1345 (1949).

<sup>2</sup> Monatsh. f. Chem. **35**, 1129 (1914).

<sup>3</sup> Analytic. Chemistry **21**, 1266 (1949).

<sup>4</sup> Physica **7**, 225 (1940).