

Quecksilber(II)-chloridlösungen stellt G. MATSUYAMA¹ für die maßanalytische Bestimmung von Sulfid durch alkalimetrische Titration ein. Durch 25 ml der 0,1 oder 0,01 m HgCl_2 -Lösung wird H_2S geleitet bis alles gefällt ist. Dann wird 5 min gekocht, und nach dem Abkühlen werden die nach der Gleichung $\text{HgCl}_2 + \text{H}_2\text{S} = \text{HgS} + 2 \text{HCl}$ entstandenen H^+ -Ionen mit carbonatfreier Natronlauge gegen Methylpurpur bis zum Umschlag nach Grün titriert. Die Schwankungen betragen $\pm 0,4\%$. Statt Methylpurpur kann auch Methylrot, Chlorphenolrot, Bromthymolblau, Phenolrot oder ein pH -Meter verwendet werden.

¹ Chemist-Analyst 49, 21 (1960). Union Oil Co., Brea, Calif. (USA). G. DENK

Osmiumtetroxyd wirkt bei *Oxydationsreaktionen in alkalischen Lösungen als Katalysator* nicht nur bei Oxydationen mit *Hexacyanoferrat(III)* sondern auch bei Verwendung von *Hypochlorit*, *Hypobromit*, *Hypoiodit*, *Permanganat* oder *Chloramin* berichten F. SOLYMOŠI und I. CSIK¹ in Fortsetzung früherer Arbeiten². Aus den Versuchen der Verff. geht hervor, daß der leichte Wechsel der Oxydationsstufen des Osmiums für die katalytische Wirksamkeit verantwortlich ist. *Ammoniak* oder *Aminoverbindungen* schwächen die katalytische Wirksamkeit des Osmiumtetroxydes. Auch *Tellurat* und *Tellurat* sind hier Katalysatorgifte.

¹ Chemist-Analyst 49, 12—13 (1960). Univ. Szeged (Ungarn). — ² SOLYMOŠI, F.: Naturwissenschaften 44, 374 (1957). — SOLYMOŠI, F., u. A. VARGA: Anal. chim. Acta 17, 608 (1957); vgl. diese Z. 163, 435 (1958). — Vgl. auch diese Z. 163, 437 (1958); 169, 374 (1959); 173, 250 (1960).
KLAUS BRODERSEN

Von der 2,3-Butandiamin-N,N,N',N'-tetraessigsäure konnten R. BELCHER, W. HOYLE und T. S. WEST¹ durch fraktionierte Kristallisation zwei Isomere darstellen, die der dl- und Mesosäure entsprechen und als α - und β -Form bezeichnet werden, da ihre Struktur bisher nicht entschieden werden konnte. Die Verbindungen schmelzen unter Zersetzung bei 211—212°C bzw. 138—151°C. Sie unterscheiden sich ferner in ihrem Vermögen, *Chelatkomplexe mit Kupfer und Cadmium* zu bilden, wobei diese Eigenschaft bei der α -Form stärker ausgeprägt ist.

¹ Talanta (London) 3, 201—202 (1959). Univ. Birmingham (England). G. DENK

Neue Adsorptionsindikatoren entstehen nach J. A. BISHOP¹ durch Kondensation von *Pyromellithsäuredianhydrid* entweder mit 4 Molekülen *Resorcin* (I) oder mit 2 Molekülen *Resorcin* und 2 Molekülen *Phenol* (II). Zwei weitere durch Bromierung daraus dargestellte Verbindungen sind nicht als Adsorptionsindikatoren geeignet. I gibt mit Cl^- , Br^- und J^- in neutralen oder schwach sauren Lösungen bei der argentometrischen Titration einen guten Umschlag von Gelbgrün bzw. Gelb nach Rosa, dagegen liefert II nur in mindestens 1 n salpetersauren Lösungen, in denen z. B. Dichlorfluorescein schon versagt, einen scharfen Umschlag von Orange nach Purpur, auch bei Gegenwart gefärbter Ionen, wie Cr^{3+} , Fe^{3+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} und Co^{2+} . Mit Bromid, Jodid und Rhodanid wird in einem weiten pH -Bereich ein guter Umschlag erzielt. Liegen alle 3 Halogenide vor, so wird mit I in schwach saurer Lösung, mit II von 0,05 n salpetersaurer Lösung an ein scharfer Umschlag erhalten. — Zur *Darstellung der Indicatorlösungen* werden 0,1 g in 100 ml Wasser unter Zusatz einiger Tropfen 6 n Natronlauge gelöst.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) 22, 221—222 (1960). Coll. of Engng. Newark, N.J. (USA).
G. DENK

Murexid als Indicator ist für die verschiedensten titrimetrischen Bestimmungen geeignet, wie F. SIERRA und C. SÁNCHEZ-PEDREÑO¹ berichten. — Zur *Bestimmung von Ag^+ mit ÄDTA* wird die ÄDTA-Lösung vorgelegt, nach Zugabe von 1—3 Tr.

gesätt. Murexidlösung in bidest. Wasser und 0,5 ml Boraxpufferlösung (p_H 8,51) wird mit der Silbersalzlösung titriert. Die Farbe schlägt von Rosa nach Violett um, bei höheren Konzentrationen von Violett nach Blau. — *Silber- und Kupferionen werden nebeneinander bestimmt*, indem zuerst die Silberionen mit KBr-Lösung titriert werden. Beim Äquivalenzpunkt wird der Niederschlag gelb. Dann wird die Kupferbestimmung durch Titration mit Barium-ÄDTA-Lösung durchgeführt (18,605 g ÄDTA + 15,775 g Bariumhydroxydlösung im Liter). Die Farbe ändert sich von Grün nach Violett. Der p_H -Wert der Lösung darf nicht unter 2 liegen. — Bei der *Bestimmung von Silberionen mit Halogeniden* werden 1–5 Tr. Indicator zugegeben. Der Umschlagspunkt ist am Farbumschlag des violetten Niederschlags nach Gelb bei Titration mit Jodid oder Bromid und nach Rosa bei Chlorid zu erkennen. — Bei der umgekehrten Titration von Bromid mit Silbernitratlösung ist der Äquivalenzpunkt erreicht, wenn der Niederschlag violett wird.

¹ An. Soc. españ. Física Quím., Ser. B, **56**, 5–14 (1960). Univ. Murcia. Inst. „Alonso Barba“ del Real Patronato „Juan de la Cierva“ de Investigacion Tecnica (Spanien).
IRMGARD PFITZER

Das polarimetrische Zusatzgerät Modell D nach Keston zum Beckman DU-Spektralphotometer wird von K. G. POULSEN¹ für Messungen der Rotationsdispersion ausführlich und kritisch untersucht. Das Gerät ergibt im normalen Teil der Rotationsdispersionskurve, besonders auch für farbige Lösungen, gute Werte. Allerdings sind mehrere Korrekturgleichungen notwendig. (Ableitungen im Original). Als Verbesserung schlägt der Verf. Nicolsche Prismen für die in der Keston-Anordnung² verwendeten Polarisationsfilter vor. Es läßt sich dann wegen der größeren Durchlässigkeit mit kleinerem Spalt und damit kleinerer Bandbreite messen, wodurch der augenblickliche Fehler von 2% verbessert und der Meßbereich erweitert werden kann.

¹ Analyt. Chemistry **32**, 410–413 (1960). Univ. Los Angeles, Calif. (USA). —

² KESTON, A. S., u. J. LOSPALLUTO: Federation Proc. **12**, 229 (1953). H. SPECKER

Über die Verwendung des „Voludeprimators“ zur Volumenmessung von Gasen berichtet M. SÉNÈS¹. Der Apparat, der 1957 entwickelt wurde, besteht aus Druckminderer, Differentialmanometer, Hg-Manometer, Thermometer, Densimeter und ggf. einem Planimeter. Er dient zur Messung strömender, unter Druck stehender Gase im technischen Ausmaß, hauptsächlich in der Erdölindustrie.

¹ Chim. analytique **42**, 136–145 (1960). Service Instr. Mesure (Frankreich).

G. DENK

Eine sehr einfache Anordnung zur Abtrennung von Lösungsmitteln, die leichter als Wasser sind, bei extraktiven Trennungen beschreibt T. W. STEELE¹. Durch den Stopfen einer einfachen Polyäthylenflasche (Abb. 1) führt man ein mit Hahn versehenes gebogenes Glasrohr und drückt nach dem Schütteln und Absitzen der beiden Phasen das Gefäß mit einer einfachen Laborklammer zusammen, bis die Grenzschicht der organischen und wäßrigen Phase den Hahn erreicht hat. Die genaue Einstellung der Phasengrenzschicht kann

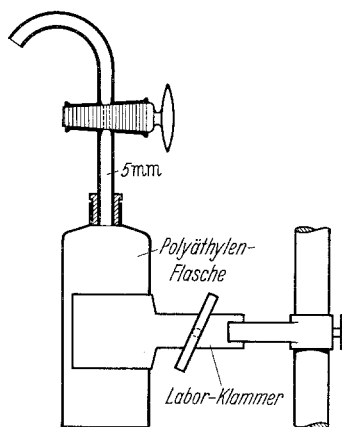


Abb. 1. Anordnung zur Lösungsmittel-Extraktion nach STEELE