

Salpetersäure zerstört und Thallium als TlJ^1 gefällt. Die Methode ist sehr zeitraubend und bietet keine Vorteile gegenüber den bisher beschriebenen, da es nicht gelingt, Tl quantitativ volumetrisch zu bestimmen.

K. BRODERSEN.

Z. G. SZABÓ, L. G. BARTHA und F. SIMON-FLALA² vereinfachen und verfeinern ihre frühere Methode³ zur Bestimmung von Nitrat. Die Menge des bei der Reduktion des Nitrats gebildete Eisen(III)-salzes wird stannometrisch bestimmt. Die Reduktion erfolgt in der schon beschriebenen Weise, nur wird nach Beendigung der Reduktion nicht mit Schwefelsäure sondern mit 20 ml 3%iger Salzsäure angesäuert, einige Stückchen Marmor, 3—4 g Ammoniumchlorid und noch 5 ml konz. Salzsäure werden zugegeben, worauf man mit Zinn(II)-chloridlösung titriert. In der etwa 75° C warmen Lösung ist der Potentialsprung scharf. Die Annäherung des Äquivalenzpunktes ist an der Farbenänderung gut sichtbar. Der Endpunkt kann auch mit Indikatoranzeige erfaßt werden. Man verwendet in diesem Falle einige Tropfen einer 0,1 n KSCN-Lösung, titriert bis zur strohgelben Farbe, gibt 1—2 Tropfen 0,1 n Na_2HPO_4 -Lösung und 6—8 Tropfen einer kalt gesättigten Ammoniummolybdatlösung hinzu und titriert weiter bis die grüne Farbe in blau umschlägt.

J. PLANK.

Für die gravimetrische Bestimmung des Wismuts kann nach G. S. DESHMUKH und E. T. VARKEY⁴ der aus Alkalitellurat- und Wismutsalzlösungen entstehende amorphe Niederschlag dienen. Die schwach saure Lösung des Wismutsalzes wird mit so viel verdünntem Ammoniak versetzt, daß eben eine leichte Trübung entsteht, die durch vorsichtige Zugabe von verdünnter Salpetersäure wieder gelöst wird. Nach dem Erhitzen auf etwa 70° C läßt man unter Rühren die Natriumtelluratlösung zufließen, kocht 2 min und läßt die Fällung dann über Nacht stehen. Man filtriert durch Glasfaltertiegel und wäscht mit heißem Wasser gründlich aus. Der bei 120 bis 130° C 1 Std getrocknete Niederschlag hat die Zusammensetzung eines Bismutytellurates: $(BiO)_2TeO_4 \cdot 2 H_2O$.

G. DENK.

Nach kritischer Überprüfung verschiedener Reagenzien zur colorimetrischen Sulfidbestimmung empfehlen H. KOBEN und W. GIERLINGER⁵ die Bestimmung als *Wismutsulfidisol*, das bereits von E. FELD und C. S. OLDACH⁶ verwendet worden ist. Durch Verbesserung der Herstellung des Reagenses wird dessen Haltbarkeit auf 3 Wochen erhöht. Die Nachweispflichtigkeit in der Mikroanalyse ist sehr gut. — *Herstellungsvorschrift für das Wismutreagens*. 0,22 g $Bi(NO_3)_3 \cdot 5 H_2O$ löst man in 25 ml 3,2%iger Mannitlösung, fügt 8 ml bidestilliertes Glycerin, 36 ml 2,5%ige durch Selektia-Filter Nr. 1117 oder 520a filtrierte Merck DAB 6-Gummi arabicum-Lösung zu und füllt mit Acetatpuffer (11 Volumteile 0,2 m $NaCH_3COO$ -Lösung + 3 Volumteile 0,2 m Essigsäure) auf 100 ml auf. Nach 2 Tagen filtriert man, der pH-Wert soll jetzt bei 4,6 liegen.

K. BRODERSEN.

Ein Verfahren zur indirekten Sulfidbestimmung und zur Cadmiumbestimmung beschreiben V. VAŠÁK und V. MACHÁLEK⁷. Das zu bestimmende Cadmium wird als

¹ MACH, F., und W. LEPPER, diese Z. 68, 43 (1926).

² Acta chim. Acad. Sci. hung. (Budapest) 3, 231—236 (1953). Univ. Szeged (Ungarn).

³ Anal. chim. Acta (Amsterdam) 5, 33 (1951); 6, 416 (1952); vgl. diese Z. 138, 134 (1953).

⁴ J. Indian. chem. Soc. 30, 645—646 (1953). Banaras Hindu Univ., Benares (Indien).

⁵ Mikrochim. Acta (Wien) 1953, 220—225. Univ. Graz.

⁶ Ind. Engng. Chem., anal. Edit. 18, 665 (1946).

⁷ Chem. Listy 47, 850—852 (1953) [Tschechisch]. Univ. Prag.