

**Über die spektralphotometrische Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Calcium** berichtet J. R. W. KERR<sup>1</sup>. Als Reagens wird *Glyoxal-bis(2-hydroxy-anil)* herangezogen. Dabei entsteht in alkalischer Lösung ein rotgefärbter Komplex, dessen Absorption bei 520 nm gemessen wird. Das Beersche Gesetz ist im Bereich von 0–4 ppm Ca voll gültig. Bis zu 50 ppm Magnesium, 4 ppm Barium bzw. Strontium und 500 ppm Sulfat, Chlorid oder Nitrat stören die Bestimmung nicht. Eisen(II) ist bis zu 50 ppm ohne Einfluß, wenn KCN zur Verhinderung der Ausfällung von Eisen(II)-hydroxid zugesetzt wird. — *Ausführung*. Zu 10 ml der zu untersuchenden Probe, mit maximal 40 µg Ca, wird 1,0 ml Tetraboratpuffer von pH 12,6 (je 10 g Na-Hydroxid und Na-Tetraborat in 1 l Wasser) und 0,5 ml Reagenslösung (s. u.) sowie 10 ml Äthanol-n-Butanol (1+1) gegeben. Nach 30 min wird die Absorption in 1 cm-Zellen bei 520 nm gegen Wasser gemessen. Beleganalysen und Vergleiche mit komplexometrischen Bestimmungen zeigen, daß die Methode befriedigende Werte liefert. — *Reagenslösung*. 4,4 g frisch sublimiertes o-Aminophenol werden in 1 l Wasser von 80° C gelöst und mit 3,5 ml einer 30%igen Glyoxallösung versetzt. Das Gemisch wird 30 min auf 80° C gehalten, abgekühlt und 12 Std im Kühlschrank aufbewahrt. Der Niederschlag wird durch Filtration abgetrennt, mit Wasser gewaschen und aus Methanol umkristallisiert. Als Reagenslösung findet eine 0,5%ige methanolische Lösung Verwendung.

<sup>1</sup> Analyst **85**, 867–870 (1960). Dept. Sci. Ind. Res., Lab. Government Chemist, Dudley House, Endell Street, London W.C.2 (England). H. ZIMMER

**Eine neue Methode zum Nachweis von Zink** beschreibt S. NAKAMURA<sup>1</sup>. Zink gibt in Gegenwart von Thioharnstoff mit Kaliumhexacyanoferrat(III) kein braun-gelbes Zinkhexacyanoferrat(III), sondern weißes Zinkhexacyanoferrat(II), das durch Absorption von Rhodamin B purpur gefärbt wird. Diese Färbung ist für Zink spezifisch. — *Durchführung*. Die neutrale oder schwach saure Probe wird mit 1 m Thioharnstofflösung und 0,5%iger Rhodamin B-lösung und unter ständigem Rühren tropfenweise mit 0,05 m Kaliumhexacyanoferrat(III)-lösung versetzt. In Gegenwart von Zinkion bildet sich ein purpurfarbiger Niederschlag. Die Erfassungsgrenze beträgt 2 µg je Tropfen der Probelösung.

<sup>1</sup> Jap. Analyst **10**, 858–861 (1961) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Dept. Chem. School of General Studies, Univ. Kyoto (Japan).

L. J. OTTENDORFER

**Die anodische Chronopotentiometrie von Zink und von Lithium in flüssigem Wismut im eutektischen Gemisch von LiCl und KCl bei 450° C** gehorcht den theoretischen Zusammenhängen dieser Methode. Daher lassen sich geringe Zn- und Li-Mengen in flüssigem Wismut chronopotentiometrisch analysieren, wie J. D. VAN NORMAN<sup>1</sup> gezeigt hat. Die Herstellung der wasserfreien Schmelze wird ausführlich beschrieben, ebenso die Füllung der Vycor-Zelle mit Borosilicatglas-Einsätzen mit Sinterdiaphragma für Arbeits- und Bezugs Elektroden und deren Füllung. Als Bezugs Elektrode dient eine Platinfolie in eutektischer Schmelze mit nach H. A. LATINEN und C. H. LIU<sup>2</sup> durch anodische Polarisation bemessenem Pt<sup>II</sup>-Gehalt, als Arbeitselektrode eine zweite Platin- oder eine Silberelektrode in eutektischer Schmelze, ebenfalls durch Diaphragma getrennt. Die Wismutelektrode hat eine Oberfläche von 1–2 cm<sup>2</sup>. Bei anodischer Herauslösung des Zinks (3–9 · 10<sup>-3</sup> m) mit 5–10 Milliamp./cm<sup>2</sup> oder des Lithiums (1,19–2,95 · 10<sup>-2</sup> m) mit 5–10 Milliamp./cm<sup>2</sup> gelingt die Analyse aus den Übergangszeiten auf ± 4% genau. Aus den *it*<sup>1/2</sup>-c-Geraden werden die Diffusionskoeffizienten für Zink und Lithium in flüssigem Wismut zu 6,5 und 2,2 · 10<sup>-5</sup> cm<sup>2</sup>/sec ermittelt.

<sup>1</sup> Analyt. Chemistry **33**, 946–948 (1961). Brookhaven Nat. Lab., Upton, N.Y. (USA). — <sup>2</sup> J. Amer. chem. Soc. **80**, 1015 (1958). K. CRUSE