auf einem geeigneten Spektrophotometer in 10 mm-Schichtdicke bei 540 nm gemessen. Der relative Fehler im Konzentrationsbereich von 0,05–0,5% Beryllium ist kleiner als 5%, bei niedrigeren Berylliumgehalten beträgt der Fehler 10%.

¹ Ž. anal. Chim. 18, 562–566 (1963) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.)

M. PŘIBYL

Calcium. Störungen durch Anionen bei der flammenphotometrischen Bestimmung von Calcium im Konzentrationsbereich 0,1–10 µg Ca/ml lassen sich nach T. C. RAINS, H. E. ZITTEL und M. FERGUSON¹ beseitigen, wenn den verwendeten Lösungen Glycerin zugesetzt wird. Die günstigste Glycerinkonzentration liegt bei 10% v/v; bei höheren Konzentrationen treten Zerstäubungsschwierigkeiten durch die große Viskosität auf. Zusätze von Salpeter-, Schwefel-, Salz-, Phosphor- oder Perchlorsäure zeigen bis zu 0,1 m Lösung keinen Einfluß auf die Ca-Bestimmung in der Sauerstoff-Acetylen-Flamme. (NH₄)₂HPO₄ ist bis zu 0,1 m Lösung dann ohne Einfluß, wenn (durch Zusatz von Salpeter- oder Perchlorsäure) der pH-Wert 0,5 beträgt. Die relative Standardabweichung bei der Bestimmung von Calcium in phosphathaltigen Pökellösungen, Bodenausgüssen, pflanzlichen und tierischen Geweben mit der Ca-Linie 422,7 nm beträgt bis zu 3%.

¹ Talanta (London) 10, 367–374 (1963). Anal. Chem. Div., Oak Ridge Nat. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA).

H. MASSMANN

Die spektrophotometrische Bestimmung von Calcium führen VISHNU und V. K. SRIVASTAVA¹ mit Hilfe des Kupfer-1-(2-pyridylazo)-2-naphthol-Komplexes (Cu²⁺-PAN) durch. Das Verfahren beruht darauf, daß der Cu²⁺-PAN-Komplex schwächer ist als der Cu²⁺-ÄDTA-Komplex und dieser wiederum weniger stabil als der Ca²⁺-ÄDTA-Komplex. Gibt man zu einer Lösung, welche Ca²⁺, Cu²⁺ und einen leichten PAN-Überschuß enthält, ÄDTA-Maßlösung, so reagiert letztere zunächst mit Ca²⁺ und dann erst mit Cu²⁺. Der Äquivalenzpunkt ist dann erreicht, wenn die optische Dichte der Lösung, bei 550 nm (dem Absorptionsmaximum des Cu²⁺-PAN-Komplexes) gemessen, abzunehmen beginnt. Die Bestimmung wird bei pH 5 ausgeführt. — *Arbeitsweise.* Aliquote Teile der Ca²⁺-Probelösung und einer Standard-Cu²⁺-Lösung werden in 50 ml-Meßkolben gegeben und berechnete Mengen PAN (in redest. Methanol gelöst) sowie Acetatpufferlösung zugefügt. Man setzt steigende Volumina ÄDTA-Maßlösung zu, füllt mit redest. Methanol zur Marke auf (das Gemisch enthält dann etwa 50% Methanol und 50% Wasser) und mißt die Absorption der Flüssigkeiten bei 550 nm. Die Fehlergrenzen der Methode liegen bei ± 1%.

¹ Current Sci. 31, 330–331 (1962). Dept. of Chem., Univ. of Gorakhpur, Gorakhpur (Indien).

D. KLOCKOW

Die Trennung des Calciums von Magnesium in Lösungen großer Ionenstärke am Kationenaustauscher Dowex 50-X4 studieren F. NELSON, J. H. HOLLOWAY und K. A. KRAUS¹. Die aus salz- oder perchlorsaurer Lösung bei 25°C an Dowex 50-X4 adsorbierte Menge Mg nimmt mit zunehmender Säurestärke ab. In 9 m Salzsäure bzw. 9 m Perchlorsäure beträgt der Verteilungskoeffizient D (Menge Mg je Kilogramm trockenem Austauscher/ Menge Mg je Liter Lösung) ca. 0,65 bzw. 4,0. Die Adsorptionskurve von Ca zeigt mit zunehmender Säurestärke ein Minimum und steigt dann wieder an. Für Säuremischungen bei gegebener Gesamtsäurekonzentration liegen die Werte der Verteilungskoeffizienten auf einer die beiden D-Werte der reinen Säurelösungen miteinander verbindenden fast geraden Linie. Diese starken Unterschiede, speziell in konz. perchlorsauren Lösungen, gestatten