Moleküle Nitroso-R-Salz unter Bildung einer innerkomplexen Verbindung bindet. Nach dieser Methode können bis 0,5% Kobalt in Erzen mit einem Eisengehalt bis 70% und einem Nickelgehalt bis 5% ermittelt werden.

Man läßt auf 0,20 g Erz 30—60 min lang ein Gemisch von Salz- und Salpetersäure einwirken, fügt dann 5 ml H_2SO_4 (1 : 1) zu und dampft bis zur Entwicklung weißer Nebel ein. Das Salzgemisch wird durch Erwärmen in 10—15 ml Wasser gelöst. Man filtriert vom Rückstand ab, verdünnt das Filtrat in einem 100 ml-Meßkolben bis zur Marke, neutralisiert 20 ml Lösung mit Ammoniak bis zur beginnenden Trübung, löst die Trübung durch Zusatz einiger Tropfen H_2SO_4 (1 : 1), versetzt mit 5 ml 50%iger Natriumacetatlösung und kocht 3—5 min bis zur vollständigen Abscheidung des Eisens. Danach gibt man 10 ml 0,1%iger Nitroso-R-Salzlösung zu, kocht 1 min bis zur Bildung des Komplexes, fügt 5 ml HNO_3 (1 : 1) hinzu, kocht nochmals 1—2 min bis zur Auflösung des Niederschlages und verdünnt nach Abkühlen auf 50 ml. Je nach der Intensität der gebildeten Färbung wird für die Photocolorimetrierung eine 10 mm- oder 40 mm-Küvette verwendet und die Extinktion unter Verwendung eines grünen Lichtfilters mit der maximalen Durchlässigkeit bei 520—550 m μ bestimmt. Die Auswertung der Analyse erfolgt nach einer Eichkurve. Bestimmungsdauer 15—20 min, Abweichung von der Rhodanidmethode 0,01% Co.

A. TROFIMOW.

Zum Nachweis geringer Mengen von Zink in Kobaltsalzen (Größenordnung: 50 : 1000000) benutzen E. A. JOHNSON und W. C. JOHNSON¹ die Löslichkeit von Zinkthiocyanat in Äther. Die kleine Menge Kobalt, welche mit in den Äther geht, wird in Kaliumkobalt(III)-cyanid übergeführt, das nun selbst als Reagens auf Zink dient, indem es mit Zink in saurer Lösung eine Fällung gibt.

Ausführung der Reaktion: Eine Lösung von 5 g Kobaltchlorid, -nitrat oder -sulfat in 20 ml Wasser wird mit 1 ml 5 n Salzsäure und 5 ml 7,5 m Ammoniumthiocyanatlösung versetzt und kräftig mit 15 ml Äther geschüttelt. Die ätherische Lösung wird zur Trockene verdampft, der Rückstand vorsichtig mit 0,5 ml Salpetersäure (D 1,42) versetzt, die Lösung zur Trockene verdampft, mit 1 Tropfen 5 n Salzsäure und 4 ml Wasser aufgenommen, zum Sieden erhitzt und filtriert. Zum Filtrat gibt man tropfenweise 1,5 m Kaliumcyanidlösung, bis sich der entstehende Niederschlag eben wieder löst. Dann bläst man 5 min lang Luft durch die Lösung, gibt 2 Tropfen konzentrierte Salzsäure zu und läßt 1 Std stehen. Bei Gegenwart von 0,25 mg Zink entsteht noch eine Trübung.

A. EICHLER.

Der Reduktionsgrad von Metall- und Halbleiterpulvern läßt sich nach F. SKAUPY² durch Auflösen der Probe in Eisen(III)-chloridlösung und Titration des entstandenen zweiwertigen Eisens mit Permanganat ermitteln. Ein Wasserstoffgehalt des Metalles stört durch Erhöhung des Permanganatverbrauches erheblich. Wenn der Metallgehalt auf andere Art bestimmt werden kann, ergibt die Permanganat-Titration ein Maß für den Wasserstoffgehalt. Befriedigende Ergebnisse werden mit Aluminium, Bor, Eisen, Molybdän und Kupfer erhalten. Die Methode läßt sich unter anderem auch auf solche Pulver ausdehnen, deren Oxydationsstufe niedriger als die höchste durch Permanganat erreichbare ist.

0,1 g des Pulvers, bei Aluminium und Bor weniger, behandelt man mit einer konzentrierten Eisen(III)-chloridlösung (1 Teil $FeCl_3 \cdot aq$ + 1 Teil Wasser) auf dem Wasserbade etwa 15 min, bis alles gelöst ist. Nach Zusatz von 100 ml Schwefelsäure (1 : 4) verdünnt man mit ausgekochtem Wasser auf 200 ml und titriert mit 0,1 n Permanganatlösung. Man verwendet etwa die doppelte der theoretisch erforderlichen Eisen(III)-chloridmenge.

H. MESECH.

¹ Analyst 74, 561 (1949).

² Z. anorg. Chem. 260, 109 (1950).