man zu 50 ml der höchstens 0,01 m salzsauren Probelösung 5 ml Eisessig sowie unter Rühren 30 ml 50%ige Kaliumnitritlösung zugibt und die Mischung 2 Std bei Raumtemperatur stehen läßt. Durch Anwendung von empirischen, den jeweiligen Co-Mengen entsprechenden gravimetrischen Faktoren lassen sich die Fehlergrenzen weiter reduzieren.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) **29**, 10–21 (1963). Dept. of Chem., Harvard Univ., Cambridge 38, Mass. (USA).
D. KLOCKOW

Mikromengen Kobalt bestimmen J. BOGNÁR und L. SIPOS¹ auf Grund der katalytischen Wirkung, die Kobalt in Abhängigkeit von seiner Konzentration auf die Lumineszenz-Reaktion von Lucigenin (N,N'-Dimethyl-diacridiliumnitrat) und Wasserstoffperoxid ausübt. Hierfür wird die von J. BOGNÁR² ausgearbeitete „Simultankomparationsmethode“ herangezogen. In Proben, die Kobalt in unbekannter Konzentration enthalten und in einer Reihe von Vergleichsproben mit bekannten Kobaltkonzentrationen wird die Lumineszenzreaktion gleichzeitig gestartet. Die Lumineszenzintensitäten werden anschließend miteinander verglichen. Der Fehler liegt im allgemeinen innerhalb $\pm 10\%$. Folgende Ionen stören mehr oder weniger stark (maximal zulässige Menge Fremdion in $\mu\text{g}/5\text{ ml}$): Ag^+ (0,5; 10 bzw. 100 in Anwesenheit von J^- bzw. SCN^-), Pb^{2+} (500), Cu^{2+} (0,01), Cd^{2+} (1,0), Ni^{2+} (50), Zn^{2+} (1,0), Mn^{2+} (5), Fe^{3+} (0,1), Al^{3+} (50), Cr^{3+} (5), UO_2^{2+} (0,05), Mg^{2+} (10), Ca^{2+} (5), CN^- (0,05), ÄDTA (1), PO_4^{3-} (10), WO_4^{2-} und MoO_4^{2-} (150), VO_3^- (200), Na^+ , K^+ , NO_3^- , F^- , Br^- , J^- , SCN^- (500–1000). — *Arbeitsweise*. Eine Reihe von Vergleichslösungen wird bereitet, indem man in kleine Reagensgläschen steigende Mengen Kobaltlösung (100 bzw. 10 $\mu\text{g Co/ml}$) gibt, diese auf 2 ml mit Wasser verdünnt und mit 1 ml 0,05%iger wäßriger Lucigenin- sowie 1 ml 0,1%iger Wasserstoffperoxidlösung versetzt. Analog wird bei den Probelösungen (1–60 $\mu\text{g Co}/5\text{ ml}$) verfahren. Nach Verdunkeln des Raumes wird die Lumineszenzreaktion durch gleichzeitige Zugabe von 1 ml 0,5 n Natronlauge über eine von J. BOGNÁR² angegebene Startpipette in Gang gesetzt. Nach dem Start werden die einzelnen Proben rasch geschüttelt. Je nach Kobaltkonzentration wird die Lumineszenzreaktion am Anfang (1–10 $\mu\text{g Co}/5\text{ ml}$) oder gegen Ende (10–100 $\mu\text{g Co}/5\text{ ml}$) der Reaktion verglichen. Im allgemeinen werden genauere Ergebnisse auch bei kleinen Konzentrationen durch Vergleich gegen Ende der Reaktion erhalten.

¹ Mikrochim. et Ichnoanalyt. Acta (Wien) **1963**, 442–455. Inst. Chemie, Techn. Univ. Schwerindustrie, Miskolc (Ungarn). — ² Mikrochim. et Ichnoanalyt. Acta (Wien) **1963**, 397.
R. HÖNIGSCHMID-GROSSICH

Die gravimetrische Bestimmung von Nickel führen L. KÉKEDY und F. MAKKAY¹ mit Hilfe von Äthylxanthogenat² durch. Bei pH 3–4 entsteht ein für die gravimetrische Bestimmung geeigneter Niederschlag, dessen Thermogramm zeigt, daß er bis 150°C beständig ist. — *Arbeitsweise*. Man bringt 50 ml der Probelösung mit Salzsäure auf pH 3–4, gibt einen kleinen Überschuß an 0,2%iger Kaliumxanthogenatlösung dazu und erleichtert durch leichtes Schütteln das Zusammenballen des Niederschlags. Nach 15 min filtriert man durch einen Filtertiegel G 4, wäscht mit einer verd. Lösung des Reagenses und dann mit kaltem Wasser. Schließlich trocknet man bei 105°C und wägt. Der Umrechnungsfaktor für Nickel ist 0,1949. Die Fehler der Bestimmung sind unbedeutend. — Der Niederschlag ist in überschüssigem Reagens unlöslich, in Ammoniak und organischen Lösungsmittel wird er gelöst.

¹ Studia Univ. Babeş-Bolyai, Ser. Chem. **1**, **7**, 135–138 (1962) [Rumänisch]. (Mit engl. u. russ. Zus.fass.) Höhere Lehranst. Cluj (Rumänien). — ² KÉKEDY, L., u. F. MAKKAY: Studia Univ. Babeş-Bolyai Ser. Chem. **1**, **7**, 139 (1962).

H. KURTENACKER