mit SiO_2 und 2 n Schwefelsäure an einer Kieselsäuresäule mit Chloroform-Butanolgemischen nach² getrennt werden. Die Zuordnung der in den Eluatfraktionen befindlichen *Monocarbonsäuren* erfolgt durch massenspektrometrische Analyse. Zur Untersuchung auf zweibasische Säuren werden sämtliche Fraktionen eingedampft und nach Versetzen mit konz. Salzsäure durch 24–48stündiges Einengen im Vakuum bei Zimmertemperatur die Monocarbonsäuren verflüchtigt. Mit den zurückbleibenden *Dicarbonsäuren* wird die chromatographische Trennung wiederholt. — Einzelheiten bezüglich Ausführung des Verfahrens sind in der Originalarbeit beschrieben.

¹ Analyt. Chemistry **31**, 2069–2071 (1959). American Oil Co., Texas City, Tex. (USA). — ² Analyt. Chemistry **24**, 187 (1952); vgl. diese Z. **137**, 450 (1952/53).

H. GARSCHAGEN

Ein spektrophotometrisches Verfahren zur Bestimmung von Siliciumfluorwasserstoffsäure in handelsüblicher Fluorwasserstoffsäure beschreiben P. R. GRAFF und F. J. LANGMYHR¹. Sie schlagen vor, die geringen Mengen Siliciumfluorwasserstoffsäure direkt als α -Silicomolybdänsäure ohne vorhergehende Verdampfung des Fluorwasserstoffs zu bestimmen. Sie messen die Extinktion der α -Silicomolybdänsäure bei einer niedrigen Wellenlänge, z. B. für $< 1 \text{ mg SiO}_2/100 \text{ ml}$ bei 370 nm. Das Beer-Lambert-Gesetz ist bis mindestens $0,8 \text{ mg SiO}_2/100 \text{ ml}$ erfüllt. — *Ausführung*. Etwa 1 ml Fluorwasserstoffsäure wird in einen gewogenen Plastikbecher gebracht und wieder gewogen. Dann werden 50 ml 25%ige Aluminiumchloridlösung und 5 ml 20%ige Ammoniummolybdatlösung zugegeben. Es wird mit dest. Wasser auf 90 ml aufgefüllt, auf $\text{pH } 1,0 \pm 0,5$ eingestellt, 3 Std auf dem siedenden Wasserbad erhitzt und in einem Meßkolben auf 100 ml verdünnt. Man mißt die Extinktion bei 370 nm gegen eine Blindlösung. Aluminiumchlorid erwies sich günstiger als komplexbildender Zusatz als die von KOLTHOFF und CADE vorgeschlagene Borsäure mit Bildung von Fluorborsäure. — *Kieselsäure-Standard* zur Aufstellung der Eichkurve. 50,0 mg Siliciumdioxid werden mit 1,0 g Natriumcarbonat zusammengeschmolzen, die Schmelze wird in verd. Salzsäure gelöst und auf 500 ml verdünnt; 1 ml dieser Lösung enthält $0,1 \text{ mg SiO}_2$.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 429–431 (1959). Univ. Oslo, Blindern (Norwegen).

LISELOTT JOHANSEN

Die komplexometrische Nickel- und Magnesiumbestimmung in elektrolytischen Nickelbädern kann nach Untersuchungen von I. M. JURIST und P. G. ŠACHOVA¹ auf Grund der Tatsache durchgeführt werden, daß Magnesium bei $\text{pH} < 7,5$ die Nickelbestimmung nicht stört, während man bei $\text{pH} > 7,5$ die Summe $\text{Mg} + \text{Ni}$ austitrieren kann. Die Differenz beider Titrationen ergibt den Magnesiumgehalt. Die Analyse dauert 30–40 min. — *Ausführung*. Man verdünnt 20 ml des filtrierten Nickelbades im 200 ml-Meßkolben mit Wasser zur Marke und entnimmt je 10 ml zur Bestimmung des Nickels und der Summe Magnesium + Nickel. Die zur Ni-Bestimmung dienenden 10 ml versetzt man mit 200 ml Wasser, neutralisiert mit 10%iger Schwefelsäure (bis zur Violettfärbung von Kongopapier), fügt 20 ml 10%ige Ammoniumacetatlösung, 20 ml 0,1 n ÄDTA-Lösung und 5 Tr. 20%ige Sulfosalicylsäurelösung zu und titriert den unverbrauchten ÄDTA-Rest mit 0,1 n FeCl_3 -Lösung bis zum Farbumschlag Hellgrün–Orange zurück. — Zur Summenbestimmung $\text{Mg} + \text{Ni}$ versetzt man die zweiten 10 ml Lösung mit 100 ml Wasser, 10 ml Puffergemisch (20 g NH_4Cl + 80 ml 25%ige Ammoniaklösung im Liter) und 0,1 g Mischindicator (0,1 g Murexid + 0,1 g Chromogenschwarz + 20 g Natriumchlorid) und titriert mit 0,1 n ÄDTA-Lösung bis zum Farbumschlag Orange–Violett.

¹ Zavodskaja Laborat. **25**, 1298–1299 (1959) [Russisch].

O. GAUTSCH