

dest. Wasser. Der Niederschlag wird bei 960–980°C verglüht und nach dem Abkühlen als  $\text{Co}_3\text{O}_4$  ausgewogen. Das Oxid kann in Salpetersäure gelöst, mit Schwefelsäure in das Sulfat übergeführt werden, auf 500° erhitzt und nach dem Abkühlen als  $\text{CoSO}_4$  ausgewogen werden. — *Kobaltbestimmung in Stahl*. 0,5–1 g Stahl löst man in 20 ml Salzsäure (1:1) [oder Schwefelsäure (1:4), falls viel Cr vorhanden]. Nach Zugabe von 1–2 ml Salpetersäure wird bis zum Auftreten von Dämpfen eingedampft. Bei Gegenwart von W wird dieser Vorgang 2–3 mal wiederholt. Den Rückstand nimmt man mit 20 ml 5%iger Salzsäure auf, filtriert und verdünnt auf 500 ml. Einen aliquoten Teil versetzt man mit 30–40 ml Reagenslösung und verfährt wie beschrieben. Das  $\text{Co}_3\text{O}_4$  löst man in 10 ml Salzsäure (1:1), verdünnt auf 25 ml, fügt einige Tropfen Salpetersäure hinzu und erhitzt die Lösung. Nach dem Ammoniakalisch-machen wird noch einige Minuten zum Sieden erhitzt. Tritt ein Niederschlag auf, so filtriert man, und verglüht den Niederschlag. Diese Auswaage muß vom oben ermittelten  $\text{Co}_3\text{O}_4$ -Gewicht abgezogen werden.

1. Talanta **13**, 1470–1472 (1966). Res. and Control Lab., Durgapur Steel Plant, Durgapur (Indien). K.-H. BRER

**Über einige Äther der  $\beta$ -Mercaptohydrozimtsäure als analytische Reagentien zur extraktiv-photometrischen Bestimmung von Nickel** berichten A. I. BUSEV und D. CH. VINH [1]. Optimale Bedingungen liegen bei der Verwendung des Isoamyläthers der  $\beta$ -Mercaptohydrozimtsäure als komplexbildendem Agens für  $\text{Ni}^{2+}$ -Ionen bei pH 7,3–7,5 vor. Es bildet sich ein relativ stabiler, rotbrauner Nickelkomplex (Molverhältnis: Nickel/Ligand = 1:2) Das Reagens ist empfindlicher als Dimethylglyoxim und Natriumdiäthylthiocarbamidat. Die Überführung in die organische Phase, die zur Messung (bei 455 nm) benutzt wird, gelingt am besten mit Chloroform. Das Beersche Gesetz ist im Bereich 0,4–7,0  $\mu\text{g}$  Ni/ml erfüllt. Zur Aufstellung der Eichkurve gibt man zu den Standard-Nickelsalzlösungen (siehe unten) unterschiedlicher Konzentrationen, nachdem sie auf einen pH-Wert von 7,3–7,5 eingestellt wurden, 1 ml einer 0,5%igen äthanolischen Lösung von  $\beta$ -Mercaptohydrozimtsäureisoamyläther, schüttelt, läßt 3–5 min stehen, extrahiert mit 10 ml Chloroform (2 min schütteln), trennt die den Komplex enthaltende Chloroformschicht ab und mißt die Absorption bei 455 nm gegen reines Chloroform. Das Maximum der Farbintensität ist innerhalb weniger Minuten erreicht. Die Farbe ist 3–4 h haltbar. Mit Analysenproben wird analog verfahren. Die Bestimmung wird nicht gestört durch: Alkalien, Erdalkalien,  $\text{Fe}^{\text{II}}$ ,  $\text{Fe}^{\text{III}}$ ,  $\text{Cr}^{\text{III}}$ ,  $\text{Al}^{\text{III}}$ ,  $\text{Zn}^{\text{II}}$ ,  $\text{Mn}^{\text{II}}$ ,  $\text{Cd}^{\text{II}}$ . Es stören: Pd und Co. Co stört jedoch nicht, wenn seine Konzentration weniger als 0,5  $\mu\text{g}/\text{ml}$  beträgt, liegt sie im Bereich 0,3–3,0  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , erhitzt man nach Reagenszugabe 5–6 min auf 70–80°C. Dabei wird der Co-Komplex zerstört, während der Ni-Komplex nicht verändert wird. Höhere Co-Konzentrationen ( $> 3,0 \mu\text{g}/\text{ml}$ ) sind mit Thiocyanat über den entsprechenden Komplex in schwachsaurem Medium vorher extraktiv abzutrennen. Die Komplexbildungsreaktion, Gleichgewichtskonstanten und Verteilungskoeffizienten werden diskutiert. — *Standard-Nickelsalzlösung*. 4,049 g  $\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  in dest. Wasser lösen, mit 10 ml konz. Salzsäure versetzen und im Meßkolben zu 1000 ml auffüllen. 1 ml dieser Lösung enthält 1 mg  $\text{Ni}^{2+}$ .

1. Ž. Anal. Chim. **21**, 1082–1088 (1966) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Staatl. Lomonosov-Univ., Moskau (UdSSR). H. BRILING

## Berichtigung

In dem Referat über die Arbeit von J. ULRICH und P. VAY [1] muß es in der ersten Zeile statt Acetylverbindungen richtig „Acrylverbindungen“ heißen.

1. Diese Z. **232**, 288 (1967).