Die spektrophotometrische Untersuchung des Eisen(III)-Äsculetin-Komplexes führen B. D. JAIN und H. B. SINGH¹ durch. Zwischen Eisen(III) und Äsculetin (6,7-Dihydroxycumarin) entsteht bei pH-Werten >7 ein anionischer, roter 1:3-Komplex, dessen Absorptionsmaximum bei 394 nm liegt. Die rote Färbung kann in 25% iger methanolischer Lösung stabilisiert werden und erreicht maximale Intensität im pH-Bereich 9,5–10,0 und bei Anwendung eines mindestens 4fachen Reagensüberschusses (0,001 m alkohol. Lösung von Äsculetin). Das Beersche Gesetz ist im Konzentrationsbereich 0,2–1,8 ppm Fe^{3+} erfüllt. Eine Reihe von Kationen stören dadurch, daß bei dem erforderlichen hohen pH-Wert ihre Hydroxide ausfallen. Neben 2,0 ppm Fe^{3+} können folgende Mengen (ppm) an Anionen toleriert werden: Acetat (2000); Br^- (2000); BO_3^{3-} (400); Cl^- (2000); Citrat (2000); F^- (1000); J^- (2000); Oxalat (700); PO_4^{3-} (40); Tartrat (600); SCN^- (2000).

¹ J. Indian chem. Soc. **40**, 263–264 (1963). Chem. Dept., Univ. Delhi (Indien).
D. KLOCKOW

Zusammensetzung und Beständigkeit des aus Eisen(III) und 2-Naphthol-3,6-natriumdisulfonat (Ferricon) entstehenden Chelats untersuchten S. N. SINHA und A. K. DEY¹ durch Absorptions- und Leitfähigkeitsmessung. Die Bildung des blauen Chelats, dessen Absorptionsmaximum bei 580 nm liegt, und das zwischen pH 1,6 und 2,8 ($\log K = 6,6 \pm 0,4$ bei 25°C und pH 2,5) beständig ist, kann zur colorimetrischen Bestimmung von 3wertigem Eisen verwendet werden. Das Verhältnis der beiden Komponenten im Komplex ist 1:2. Beer's Gesetz wird bei Eisenkonzentrationen von 0,37–20,16 ppm befolgt. Die Empfindlichkeit der Bestimmung beträgt 0,16 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ (Sandell) bzw. 1,60 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ (Praxis). Die üblichen Kationen stören die Reaktion nicht; von den Anionen stören Fluorid, Borat, Phosphat, Oxalat, Tartrat und Citrat. — *Ausführung.* Die zu untersuchende Lösung gibt man zu 20 ml Reagenslösung ($2 \cdot 5 \cdot 10^{-3}$ m), stellt pH 2,5 ein, füllt mit Wasser auf 50 ml auf, läßt 10 min stehen und mißt die Farbintensität mit einem photoelektrischen Colorimeter.

¹ Chim. analytique **45**, 224–236 (1963). Lab. Chim., Univ. Allahabad (Indien).
LISELOTT JOHANNSEN

Die Fällungsbedingungen für Kaliumhexanitrokobaltat und die Zusammensetzung der Niederschläge in Abhängigkeit von der vorhandenen Kobaltmenge untersuchten J. J. LINGANE, P. J. LINGANE und M. D. MORRIS¹. Die Fällungen erfolgten aus essigsäurem Medium bei verschiedenen Temperaturen (0°C, Raumtemperatur, 70°C), wobei die Kaliumnitritlösung zur essigsäuren Kobalt(II)-Lösung oder auch umgekehrt die Kobalt(II)-Lösung zur essigsäuren Kaliumnitritlösung gegeben wurde. Das jeweils abgeschiedene Hexanitrokobaltat wurde abgesaugt, mit 100 ml 20% iger Kaliumnitritlösung, fünf 10 ml-Portionen 80% igen Alkohols und 10 ml Aceton gewaschen, 1 Std bei 110°C getrocknet und ausgewogen. Verff. legten ihren Ausbeuteberechnungen die Formel $\text{K}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ zugrunde und verglichen eingesetzte und wiedergefundene Co-Mengen. Es zeigte sich, daß bei der Bestimmung von wenig Co (≈ 25 mg) Plusabweichungen auftreten ($1,7$ – $2,7\%$), die mit steigenden Co-Mengen immer geringer werden und schließlich (≈ 200 mg Co) in Minusabweichungen übergehen. Die Autoren analysierten die getrockneten Hexanitrokobaltat-Präparate auf H_2O , K und Co und kamen zu folgendem Schluß: Im Falle der Plusabweichungen enthalten die Niederschläge neben $\text{K}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ noch $\text{K}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Die bei größeren Co-Mengen auftretenden Minusabweichungen sind die Folge einer unvollständigen Oxydation von Co^{II} zu Co^{III} , so daß im Niederschlag neben $\text{K}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ und $\text{K}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ noch $\text{K}_2\text{Co}(\text{NO}_2)_4$ auftritt. Trotz dieser schwankenden Zusammensetzung der Niederschläge können 40–300 mg Co mit Abweichungen von $\pm 1\%$ gravimetrisch als $\text{K}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ bestimmt werden, wenn