

komplex mit Permanganat oxydativ zerstört werden muß. Beleganalysen zeigen, daß die beschriebene Trennung befriedigende Resultate liefert.

<sup>1</sup> Dokl. bolgar. Akad. Nauk 14, 479—482 (1961). Chem.-techn. Inst., Sofia (Bulgarien).  
H. ZIMMER

**Kobalt.** Eine indirekte colorimetrische Methode zur Bestimmung von Kobalt mit Hilfe von Phenanthrolin gründen F. VYDRA und R. PŘEBIL<sup>1</sup> auf die Reaktion  $[\text{Fe}_2(\text{OH})_2\text{phen}_4]^{4+} + [\text{Co phen}_3]^{2+} + 2\text{H phen}_3 \rightleftharpoons [\text{Fe phen}_3]^{2+} + [\text{Co phen}_3]^{3+} + 2\text{H}_2\text{O}$ . Reduktions- und Oxydationsmittel stören die Bestimmung, ebenso alle Ionen, die mit dem Reagens stabile Komplexe bilden. 24 µg Co in 25 ml konnten neben 3,26 mg Zn bzw. 1,6 mg Cu, 28 mg Cd, 1,6 mg Mo, 0,6 mg W, 1,1 mg V, 5,8 mg Fe<sup>III</sup> und 11,7 mg Ni mit einem Fehler < 3% bestimmt werden. — *Ausführung.* Man versetzt die Probelösung (4 ml 10<sup>-4</sup> m Co-Lösung) mit 1 ml 0,01 m FeCl<sub>3</sub>-Lösung, stellt mit 5 ml der Pufferlösung (siehe unten) etwa p<sub>H</sub> 3 ein, gibt 1 ml 0,1 m 1,10-Phenanthrolinlösung, die mit Salzsäure auf p<sub>H</sub> 3 gebracht wird, hinzu und verdünnt auf 25 ml. Die Lichtabsorption wird nach 2 bis 60 min bei 510 nm gegen eine Blindlösung der Reagentien gemessen. Der schwach gelb gefärbte Komplex aus Eisen(III) und Phenanthrolin stört dabei nicht. — *Zur Kobaltbestimmung neben größeren Nickelmengen* stellt man eine etwa 0,2 m Lösung mit dem p<sub>H</sub>-Wert 2—4 her und behandelt 5 ml dieser Lösung wie oben beschrieben (jedoch Zusatz von 10 ml Phenanthrolinlösung). Die Extinktion wird nach 5 min gegen eine kobaltfreie, mit den Reagentien versetzte Nickelsalzlösung gleicher Konzentration gemessen. — Zur Darstellung der *Pufferlösung* titriert man eine Lösung von 94,5 g Monochloressigsäure in 800 ml Wasser potentiometrisch unter Verwendung einer Glaselektrode mit Ammoniak (1:1) und verdünnt zum Liter.

<sup>1</sup> Collect. czechoslov. chem. Commun. 26, 3081—3085 (1961). Polarograph. Inst., Tschechoslowak. Akad. Wiss., Prag (ČSSR).  
G. DENK

**Palladium.** Über die spektralphotometrische Bestimmung von Palladium mit Nitrilotriessigsäure (NTA) berichten P. G. DESIDERI und F. PANTANI<sup>1</sup>. Im p<sub>H</sub>-Bereich von 3—11 bildet Palladium(II) mit NTA einen 1:2-Komplex, dessen Absorption bei 330 nm gemessen wird. NTA muß im Überschuß vorhanden sein, da sonst ein 1:1-Komplex entstehen kann. Das Beersche Gesetz ist in einem weiten Bereich voll erfüllt. Der analytische Arbeitsbereich soll bei 20—220 ppm Palladium liegen. Die Ionenstärke hat keinen Einfluß auf die Extinktion. Die anderen Platinmetalle stören die Bestimmung. Es werden folgende Toleranzgrenzen in ppm gegeben: Ir<sup>IV</sup> 19, Rh<sup>III</sup> 89, Pt<sup>IV</sup> 9,5, Os<sup>IV</sup> 3,5, Ir<sup>III</sup> 13, Pt<sup>II</sup> 4,5 und Ru<sup>III</sup> 2. Palladium kann von den übrigen Platinmetallen durch Fällung mit Dimethylglyoxim abgetrennt werden. Der Niederschlag wird in Königswasser gelöst und die Lösung zur Trockne eingedampft. Der Rückstand wird mit verd. Salzsäure aufgenommen, ein Überschuß an NTA zugesetzt und nach Einstellung, des p<sub>H</sub> von 7 ± 0,5 wird die Absorption bei 330 nm gemessen.

<sup>1</sup> Talanta (London) 8, 235—240 (1961). Inst. Analyt. Chem., Univ. Florenz (Italien).  
H. ZIMMER

### III. Analyse organischer Stoffe

#### 1. Elementaranalyse

Die Anwendung der Hochfrequenzheizung bei der Elementaranalyse beschreibt D. E. BUTTERWORTH<sup>1</sup> in einer kurzen Mitteilung. Bei der Elementaranalyse organischer borhaltiger Verbindungen in der üblichen Ausführung, treten durch die zu niedrige Verbrennungstemperatur fehlerhafte Werte auf. Die günstigste Arbeits-