

Die Gebühren betragen

für ein Thermometer bis	+50 °	0,60 M.
" " "	+200 °	1,30 M.
" " "	+300 °	2,20 M.

für einen Meßkolben mit Marke bei 200 ccm und Gehaltinhalt von mindestens 260 ccm 0,40 M.

Charlottenburg, den 1. April 1907.

## Eine neue Methode zur Bestimmung des Nickels.

(Vorläufige Mitteilung.)

Von O. BRUNCK.

(Eingeg. den 7./5. 1907.)

Das Dimethylglyoxim ist von L. Tschugaeff<sup>1)</sup> als analytisches Reagens auf Nickel empfohlen und von K. Kraut<sup>2)</sup> zum qualitativen Nachweis minimaler Nickelmengen in Aschen benutzt worden. Dasselbe ist nach meinen Versuchen auch ein ausgezeichnetes Mittel zur quantitativen Bestimmung des Nickels und zu seiner Trennung von anderen Metallen, insbesondere von Kobalt. Versetzt man eine neutrale Nickelsalzlösung mit einer alkoholischen Lösung von Dimethylglyoxim, so entsteht ein hochroter, krystalliner Niederschlag, dessen Menge sich zusehends vermehrt. Doch ist die Fällung infolge der lösenden Wirkung der bei der Reaktion frei werdenden Säure unvollständig; neutralisiert man diese aber mit Ammoniak, so läßt sich im Filtrate kein Nickel mehr nachweisen. Der Niederschlag ist sehr voluminös, läßt sich aber leicht filtrieren und auswaschen. Er enthält kein Krystallwasser und kann, da er erst bei 250° unzersetzt sublimiert, bei einer 100° übersteigenden Temperatur rasch getrocknet werden. Die Verbindung hat die Zusammensetzung  $C_4H_{14}N_4O_4Ni$  und enthält 20,31% Ni. Der Umrechnungsfaktor ist also sehr günstig. Die mit einer Wägung samt dem Filter verbundenen Unzuträglichkeiten vermeidet man durch Anwendung eines Neubauer-Tiegels.

Kobalt wird unter diesen Bedingungen nicht gefällt; bei längerem Stehen scheidet sich aus der

Lösung mitunter ein grüner, nicht näher untersuchter Niederschlag aus, der sich aber in heißem Wasser wieder löst. In stärkerer Konzentration wirken Kobaltsalze etwas lösend auf das Nickel-Dimethylglyoxim. Man verdünnt daher vor der Fällung so weit, daß in 100 ccm nicht mehr als 0,1 g Co enthalten ist. Daraus ergibt sich für die Bestimmung des Nickels bei Gegenwart von Co folgende Arbeitsweise:

Die neutrale oder schwach saure, entsprechend verdünnte Lösung wird heiß mit etwas mehr als der berechneten Menge Dimethylglyoxim versetzt. Ein größerer Überschuß stört zwar nicht; doch wird man ihn mit Rücksicht auf den vorläufig noch etwas hohen Preis des Reagenses tunlichst vermeiden. Dann gibt man tropfenweise Ammoniak zu, bis die Flüssigkeit ganz schwach danach riecht. Der Niederschlag wird noch heiß durch einen Neubauer-Tiegel filtriert und mit heißem Wasser ausgewaschen, worauf man  $\frac{3}{4}$  Stunde bei 110—120° trocknet. Die ganze Analyse erfordert nicht mehr als eine Stunde Zeit. Sollen Nickel und Kobalt bestimmt werden, so ermittelt man die Summe beider Metalle durch Elektrolyse, löst in Salpetersäure, dampft mit Salzsäure ein und fällt Nickel in der beschriebenen Weise. Das Kobalt erhält man aus der Differenz.

Die nachstehenden Beleganalysen wurden mit Lösungen der Chloride beider Metalle ausgeführt, deren Gehalt durch Elektrolyse genau ermittelt war.

Nr.	Angewandt		Gefunden		Differenz
	Ni	Co	$C_4H_{14}N_4O_4 Ni$	entspr. Ni	
1	0,0405	—	0,1995	0,0405	+ 0
2	0,0476	—	0,2337	0,0475	— 0,0001
3	0,1014	—	0,4988	0,1013	— 0,0001
4	0,0476	0,0852	0,2348	0,0477	+ 0,0001
5	0,0476	0,1293	0,2337	0,0475	— 0,0001
6	0,0476	0,1704	0,2336	0,0475	— 0,0001
7	0,0810	0,2145	0,3980	0,0808	— 0,0002
8	0,1014	0,0852	0,4980	0,1012	— 0,0002

In ganz ähnlicher Weise läßt sich auch die praktisch wichtige Trennung des Nickels von Zink bewirken. Die Versuche werden auch auf andere Metalle ausgedehnt. Über dieselben wird später ausführlich berichtet werden.

Freiberg i. S., Chemisches Laboratorium der Bergakademie.

<sup>1)</sup> Zeitschr. anorg. Chem. **46**, 144, 1905.

<sup>2)</sup> Diese Zeitschr. **19**, 1793, 1906.

## Referate.

### 1. 3. Pharmazeutische Chemie.

#### Verfahren zur Herstellung klarbleibender Tinkturen.

(Nr. 179 611. Kl. 30h. Vom 4./8. 1905 ab. Kolberger Anstalten für Exterikultur Wilh. Anhalt, G. m. b. H. in Kolberg.)

**Patentanspruch:** Verfahren zur Herstellung klarbleibender Tinkturen aus alkoholischen Auszügen von Vegetabilien, dadurch gekennzeichnet, daß die

mit Wasser verdünnten weingeistigen Auszüge mit einer heißen Lösung eines anorganischen Salzes der Borsäure (z. B. Natriumtetraborat) behandelt werden.

Wiegand.

**Verfahren zur Herstellung von quecksilberhaltigen Salben und Ölen.** (Nr. 175 671. Kl. 30h. Vom 3./5. 1905 ab. Kirchhoff & Neirath in Berlin.)

**Patentanspruch:** Verfahren zur Herstellung von quecksilberhaltigen Salben und Ölen, dadurch ge-