

phormolybdänsäure in Gegenwart der verschiedenen Reagentien zeigten eine Abnahme der Reduktionswirksamkeit in der Reihenfolge Citronensäure > Oxal-säure > Weinsäure. — *Arbeitsweise zur SiO₂-Bestimmung*. Zu 50 ml Probelösung gibt man 2 ml 3 n Schwefelsäure und 4 ml 10⁰/₀ige Ammoniummolybdatlösung. Nach Entwicklung der maximalen Farbstärke der gelben Silicomolybdänsäure werden 2 ml 1 m Citronensäurelösung zugegeben. Nach 1 min mißt man die Extinktion bei 420 nm gegen eine Reagentienblindprobe. Es können 2—40 mg SiO₂/l in Gegenwart von 200 mg PO₄³⁻/l bestimmt werden.

¹ Jap. Analyst **10**, 1113—1117 (1961) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.)
Dep. Chem., Fac. Sci., Kyushu Univ. A. DORNEMANN

Blei. T. KATSURA¹ trennt *Blei(II)* von *Ba, Sr, Ca, Mg, Fe²⁺* und *Fe³⁺* mit Hilfe eines Kationenaustauschers. Die verwendete Säule ist 12,5 mm breit, 240 mm hoch und mit 5 g Amberlite IR-120, 60—80 mesh, in der Na⁺-Form gefüllt. Über einen Schliff ist der Säule ein 100 ml-Scheidetrichter aufgesetzt. Von den vom Austauscher adsorbierten Metallkationen (im Mengenbereich 10—100 mg) wäscht man zuerst Pb²⁺ mit 0,1 m Natriumthiosulfatlösung aus, anschließend eluiert man die übrigen zweiwertigen Metallkationen mit 2,5—3 m Natriumchlorid oder Natriumacetatlösung. Fe³⁺ bleibt als rotgefärbtes, mit Thiosulfat komplex gebundenes Kation zurück.

¹ Jap. Analyst **10**, 1211—1213 (1961) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.)
Kosaka Mine, Dowa Mining Co. Ltd. (Japan). R. HÖNIGSCHMID-GROSSICH

Die polarometrische Bestimmung von *Blei* mit *Picrolonsäure* gelingt nach D. NEGOUV und M. BUMBAC¹ mit Hilfe folgender *Arbeitsweise*: Man titriert bei angelegter Spannung von 1 V mit einer Picrolonsäurelösung (siehe unten), die 0,000528 g im Milliliter enthält. Man vertreibt den Sauerstoff, indem man 10 min Methan durchleitet. Der Äquivalenzpunkt wird graphisch durch Anlegen der Tangenten an die Titrationskurve ermittelt. Die Potentialeinstellung dauert höchstens 1 min. Die Abweichungen bei der Titration von 0,6—3,1 mg Pb übersteigen 1,6⁰/₀ nicht. Silber stört die Bestimmung. — *Picrolonsäure*. Man löst die entsprechende Menge an Reagens in 1 ml Alkohol und füllt zu dem bestimmten Volumen auf. (Nähere Angaben über das Lösungsmittel fehlen.)

¹ Rev. Chim. (Bucarest) **12**, 727—728 (1961) [Rumänisch]. Lab. anorg. Chem. Univ. Bukarest (Rumänien). H. KURTENACKER

Polarographische Simultanbestimmung von Blei und Zinn. Da sich die polarographische Bestimmung von Pb^{II} und Sn^{II} nebeneinander infolge der ähnlichen Halbwellenpotentiale sehr schwierig gestaltet, berichten J. CANTACUZÈNE und R. ZERMIZOGLOU¹ über ein neues Verfahren, welches darauf beruht, daß Sauerstoff wohl Sn^{II} nicht jedoch Pb^{II} zu oxydieren vermag. Die durch die Oxydation von Sauerstoff entstehenden Sn⁴⁺-Ionen geben im Potentialbereich von Blei keine Wellen. Verff. empfehlen daher folgendes *Verfahren*: Sn^{II} und Pb^{II} werden in einer Grundlösung von 1 m Citronensäure derart simultan bestimmt, daß zuerst die Höhe der gemeinsamen Welle vermessen und sodann Sauerstoff durchgeleitet wird. Um 2 mMol Sn^{II} quantitativ zu Sn^{IV} zu oxydieren sind nur wenige Minuten Durchleiten nötig; nach Entfernung von Sauerstoff mit Stickstoff wird nun die Resthöhe der Welle vermessen. Die Konzentrationen können nun nicht durch Differenzbildung berechnet werden, es ist vielmehr notwendig, eine von Verff. angegebene Formel zu benutzen. Die beschriebene Methode ist auch bei 10—100 fachen Überschuß von Sn^{II} gegenüber Pb^{II} brauchbar.

¹ Bull. Soc. chim. France **1962**, 283—284. Lab. Chim., École Normale Supérieure, Paris (Frankreich). G. SCHÖBER