ganz kleiner Flamme; andernfalls treten leicht Verluste ein infolge Bildung des unter 700° flüchtigen Germanium(II)-oxyds). Nach Verbrennen aller Kohle wurde bei etwa 1000° bis zur Gewichtskonstanz geglüht.

Als Beispiel einer *Fällung mit gleichzeitiger Trennung von Vanadium, Eisen(III) und Aluminium* sei folgende Versuchsanordnung angeführt: Eine Lösung von 0,25 g durch Kochen mit Ammoniumoxalat reduzierten Ammoniumvanadat wurde zu einer Lösung von je 1 g Eisen- und Aluminiumammoniumalaun in 100 ml gesättigter Ammoniumoxalatlösung gegeben. Hierzu kam eine Lösung von 0,0518 g Germanium(IV)-oxyd in gesättigter Ammoniumoxalatlösung, worauf zum Sieden erhitzt und mit einer frisch bereiteten Lösung von 1 g Tannin in 15 ml Wasser sowie soviel Ammoniak versetzt wurde, daß eine Säurenormalität von 0,05 erreicht war. Der erhaltene Niederschlag wurde wie oben angegeben weiterbehandelt; er war rein weiß und wies ein Mindergewicht von 0,3 mg auf.

Da Germanium(IV)-oxyd bei 1025° schmilzt, haftet es oft fest im Tiegel; durch Kochen mit saurer Ammoniumoxalatlösung läßt es sich aber leicht herauslösen.

A. EICHLER.

Blei. Zur *gewichtsanalytischen Bestimmung* ist die Überführung in *Bleiwolframat*¹ nach Versuchen von THÉRESE DUPUIS² ungeeignet, da bei Zusatz des Fällungsmittels Natriumwolframat in konzentrierter Lösung sehr fest an den Glaswandungen haftende Niederschläge, bei Zusatz des Reagenses in verdünnter Lösung auch bei Gegenwart von Alkohol oder Aceton kolloidale Suspensionen entstehen. Die Versuche wurden im pH-Bereich von 6–6,5 ausgeführt.

A. EICHLER.

Die *elektrolytische Bestimmung von Blei* wird nach G. NORWITZ³ zweckmäßig aus HClO₄-haltiger Lösung durchgeführt. Man kann aus dieser Lösung 1 g Pb als Bleidioxyd festhaftend an einer Platinnetzelektrode abscheiden. Sn, Bi, As, Sb stören nicht. Zur *Bleibestimmung in Rohblei* löst man die Einwaage in einem Gemisch von 25 ml konz. Perchlorsäure, 25 ml konz. Salpetersäure und 25 ml Wasser, verdünnt auf 190 ml, fügt 1 ml Cu(NO₃)₂-Lösung (0,005 g Cu/ml) zu und elektrolysiert bei 70° unter Rühren mit 2 Amp. 1 Std lang. Nach dem üblichen Waschen taucht man die Elektrode in Alkohol, trocknet 30 min lang bei 120° und wägt nach dem Abkühlen. Zur Berechnung dient ein empirischer Faktor (0,8611), den man aber am besten selbst mit bekannten Bleimengen bestimmt. Die Resultate sind auf Zehntausentel Gramm reproduzierbar. A. KURTENACKER.

Die *volumetrische Bleibestimmung* nach den Vorschriften der italienischen und USA-Pharmakopöe verglich LUISA FIORI⁴. Die Ergebnisse nach der ersteren (Oxalsäure-Methode) sind mit einer maximalen Abweichung von 0,4% genauer als die nach der zweiten (Bichromat-Methode) erhaltenen Werte. H. FREYTAG.

Titan und Molybdän, sowie Titan und Vanadin lassen sich nach Versuchen von A. RÍUS-MIRÓ und C. A. DÍAZ-FLORES⁵ nebeneinander potentiometrisch bestimmen⁶. Als Oxydationsmittel dienen Eisenalaun, Ammoniumvanadat und Titan(IV)-sulfat

¹ Analytica Chimica Acta **3**, 663 (1949).

² Die Überführung in Bleiwolframat ist für die Wolframbestimmung von F. BERNOULLI [Pogg. Ann. **111**, 573 (1860)], sowie von E. CARRIÈRE u. R. BERKEM [Bull. soc. chim. France (4) **5**, 1907 (1937)] vorgeschlagen worden.

³ Analyst (Lond.) **76**, 113 (1951).

⁴ Ann. Chim. applicata **39**, 523 (1949).

⁵ An. Soc. españ. Fisic. Quim. **46**, Ser. B., 289 (1950).

⁶ Bezüglich Technik und Apparatur vgl. A. RÍUS und I. ROYO, An. Soc. españ. Fisic. Quim. **42**, 762 (1946). Reduzierende Teile organischen Materials, wie Schlauchverbindungen usw., wurden möglichst eliminiert.