den bei der jetzt eintretenden Reaktion entstandenen Wasserstoff in einer graduerten Bürette mit Niveauröhr. Der entstandene Wasserstoff ist dann ein Maß für den Trichlorsilangehalt.

¹ Rev. Chim. (Bucarest) **14**, 302—303 (1963) [Rumänisch]. (Mit engl. Zus.fass.)
H. KURTENACKER

Der Nachweis von Zinn in der systematischen Analyse der Kationen der Schwefelwasserstoffgruppe nach A. ALEKSANDROV und P. VASILEVA-ALEKSANDROVA¹ erfolgt durch Kristallfällung von Sn^{2+} mit Pikrolonsäure. — *Arbeitsweise.* Nach Behandlung des Gemisches von Arsen-, Antimon- und Zinnsulfid mit Salzsäure (1:1) bringt man 1 Tr. (etwa $1\ \mu\text{l}$) der Lösung [Sn^{4+} - und Sb^{3+} -chlorid] auf einen Objektträger und taucht das Ende eines Aluminiumdrahtes auf 20—30 sec hinein, wodurch Sn^{4+} zu Sn^{2+} und Sb^{3+} zum Metall reduziert werden. Nach Zusatz eines größeren Tropfens 2 m Citronen- oder Weinsäure zur Komplexbindung von etwa noch vorhandenen Antimon(III)-ionen versetzt man mit 1 Tr. Pikrolonsäurelösung. Nach 20—30 sec erscheinen bei 400facher Vergrößerung gelbe Kristallnadeln, die zu vielstrahligen Sternchen angeordnet sind: *Zinn*. Bei sehr niedriger Zinnkonzentrationen treten Einzelkristalle auf. Aluminium(III)-ion und etwa ausgeschiedenes Antimon stören nicht. Erfassungsgrenze $0,03\ \mu\text{g}$, Grenzkonzentration 1: 30000.

¹ Ž. anal. Chim. **18**, 1275—1276 (1963) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. f. Nahrungsm.- u. Aromastoffind., Plovdiv (Bulgarien).
P. HAAS

Die Chelatbildung im wäßrigen System Titan(IV)-Chromotropsäure untersucht L. SOMMER¹. Ausführlich werden im Original die Ergebnisse von spektrophotometrischen und elektrophoretischen Messungen beschrieben und die Verhältnisse Titan-Chelatbildner im Chelat in Abhängigkeit vom pH untersucht. Auf Grund der Untersuchungen wird für die exakte Ti^{IV} -Bestimmung mit Chromotropsäure das 1:2-Chelat mit λ_{max} bei 470 nm im pH-Bereich 1,8—2,5 oder das 1:3-Chelat mit λ_{max} bei 420 nm im pH-Bereich 4,8—8 empfohlen. Bei der Wellenlänge des isosbestischen Punktes 467 nm kann im breiten pH-Bereich 1,8—8 gearbeitet werden. Für eine selektive und empfindliche Titanbestimmung ist der pH-Wert 2 bei reichlichem Ligandenüberschuß am vorteilhaftesten. Durch Ascorbinsäure wird ein Teil der störenden Ionen reduziert. Unter diesen Bedingungen stört praktisch nur das Niob, so daß eine direkte Bestimmung des Ti im Roheisen, ebenso wie in legierten Stählen möglich ist. Einige Ionen, z.B. Fe^{III} , lassen sich durch ÄDTA tarnen².

¹ Collect. czechoslov. chem. Commun. **28**, 2393—2414 (1963). Inst. analyt. Chem., Purkyně-Univ., Brno (ČSSR). — ² SOMMER, L.: diese Z. **163**, 412 (1958).
R. HÖNIGSCHMID-GROSSICH

Die Bestimmung von Mikrogrammengen Zirkonium mittels Röntgenfluoreszenz nach vorheriger Abtrennung aus Eisen-, Kobalt- und Nickellegierungen beschreiben O. H. KRIEGE und J. S. RUDOLPH¹. Die Methode ist wegen der Anreicherung sehr empfindlich. Der Matrixeinfluß bei der Röntgenfluoreszenzanalyse ist vernachlässigbar, da mit Proben sehr geringer Schichtdicke gearbeitet wird. — *Arbeitsvorschrift.* 0,1—1 g jeder Probe (mit einem Zr-Gehalt von 30—700 μg) werden unter Erwärmung in 10 ml Salzsäure und 5 ml Salpetersäure gelöst, dann zur Trockne eingedampft und nach dem Abkühlen mit 6 ml Salzsäure aufgenommen. Nach erneutem Eindampfen fast bis zur Trockne werden 50 ml Wasser, 1 g Hydroxylaminhydrochlorid und 1—2 g Papierbrei zugegeben. Nach dem Aufkochen setzt