man 0,5%ige Aerosollösung (3 Tr.) und 10 ml 0,1 m p-Brommandelsäurelösung zu und läßt weitere 10 min kochen. Der nach Abkühlung auf ein feinporiges Filter niedergeschlagene unlösliche Teil wird (einschließlich Filter) zwischen zwei Mylarfolien (Dicke 0,001 mm) gebracht und über einen Plastikring gespannt. Diese Probe wird im Röntgenfluoreszenzspektrometer mit einer Wolframröhre bei 50 kV und 45 mAmp. angeregt und die Zr K_{α} -Strahlung gemessen.

¹ Talanta (London) **10**, 215–220 (1963). Westinghouse Res. Lab., Beulah Road, Churchill Borough, Pittsburgh 35, Pa. (USA). H. MASSMANN

Die amperometrische Bestimmung von Hafnium(IV) mit Tartrazin und Flavazin L (freie Säure) empfehlen GR. POPA, GH. BAIULESCU und S. MOLDOVEANU¹. Man führt die Titration von Hf und Zr bei $-0,85$ V aus flußsaurer Lösung und bei $-1,45$, $-1,6$, $-1,8$ und $-2,0$ V durch. — Der Hf-Komplex mit Tartrazin hat die Zusammensetzung 1:1, der mit Flavazin L 1:2. — Man verwendet 0,1%ige Lösungen von Tartrazin und von der freien Säure von Flavazin L. Die Lösung von $\text{HfOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ist 0,1%ig an Hf, das pH beträgt 1–1,5. Man titriert bei 70°C in 10–15facher Verdünnung. 0,3–2 mg Hf sind so bestimmbar.

¹ Stud. Cercetări Chim. (București) **11**, 287–290 (1963) [Rumänisch]. (Mit dtsh. u. russ. Zus.fass.) Lehrk. anal. Chem., Univ. Bukarest (Rumänien).

H. KURTENACKER

Die chelometrische Bestimmung von Wismut und Blei mit Gallein (4,5-Dihydroxy-fluorescein) als Indicator untersuchen L. KÉKEDY und G. BALOGH¹. — *Gallein* ist bereits für spektralphotometrische Bestimmungsmethoden sowie für chelometrische Analysenverfahren verwendet worden. Zur Bestimmung von Wismut und von Blei eignen sich folgende *Verfahren*: *Wismut*. Bi gibt mit dem Indicator bei pH 2,3 eine Blaufärbung. Für die Titration bringt man die Probelösung mit Salpetersäure auf das genannte pH, fügt einen Tropfen der gesätt. Indicatorlösung in Alkohol hinzu und titriert mit 0,02 m ÄDTA-Lösung von Blau auf Gelb. — 0,5–100 mg Bi können so bestimmt werden. — Beträchtliche Mengen an Pb, Cd und Fe^{II} stören nicht. Fe^{III} wird vor der Titration mit Ascorbinsäure reduziert. Für die *Nebeneinanderbestimmung kann Fe^{III}* zunächst zusammen mit Bi titriert werden, und Bi bestimmt man dann in einem anderen Aliquot nach Reduktion des dreiwertigen Eisens. — Für die Bestimmung von 4–100 mg *Blei* stellt man die Lösung mit Acetatpuffer auf pH 5,9 und titriert mit 0,02 m ÄDTA-Lösung von Blau auf Gelb. — Sb^{III} , Sn^{II} und Sn^{IV} blockieren den Indicator und stören deshalb. Die gesätt. Indicatorlösung ist mindestens $\frac{1}{2}$ Jahr haltbar.

¹ Studia Univ. Babeş-Bolyai, Ser. Chem. 1, **7**, 109–118 (1962) [Rumänisch]. (Mit engl. u. russ. Zus.fass.) Fak. Chem., Univ. Babeş-Bolyai. H. KURTENACKER

Ein radiometrisches Verfahren zur Bestimmung von Sulfat in einem weiten Konzentrationsbereich mit Hilfe von ^{51}Cr -markiertem BaCrO_4 wird von W. J. ARMENTO und C. E. LARSON¹ beschrieben. Dabei wird SO_4^{2-} durch Zusatz einer salzsäuren $\text{Ba}^{51}\text{CrO}_4$ -Lösung gefällt, nach Zugabe von Ammoniak zusammen mit überschüssigem $\text{Ba}^{51}\text{CrO}_4$ abfiltriert und durch Messen der im Filtrat enthaltenen ^{51}Cr -Aktivität bestimmt. Die unterste, nach diesem Verfahren noch faßbare SO_4^{2-} -Konzentration ist theoretisch durch das Löslichkeitsprodukt von BaSO_4 gegeben, in praxi liegt die untere Grenze jedoch bei etwa 10^{-3} mMol ($\cong 4 \mu\text{g SO}_4^{2-}/\text{ml}$). Störend wirken nur solche Anionen, welche mit Ba^{2+} Niederschläge bilden, deren Löslichkeit der von BaCrO_4 nahekommt [z. B. $\text{Ba}(\text{NH}_4\text{PO}_4)$]. Der relative Fehler der Methode liegt bei $\pm 3\%$. Die Analyse unbekannter Sulfatlösungen erfolgt unter Verwendung einer mit Standardlösungen gleichzeitig aufgestellten Eichkurve. — *Arbeitsweise*.