

Recent advances in the gas and liquid chromatography of fluorescent compounds. I. A direct gas-phase isolation and injection system for the analysis of polynuclear arenes in air particulates by gas-liquid chromatography. H. P. Burchfield, E. E. Green, R. J. Wheeler and S. M. Billedeau.

Analyse von Kohlenwasserstoffen, arom. polycycl. in Luftverunreinigungen; Chromatographie, Gas; Gasphasenextraktion.

Zur Analyse der in Luftverunreinigungen häufig vorkommenden mehrkernigen Kohlenwasserstoffe (Arene) wird eine Gasphasen-Extraktion bevorzugt. Dazu werden die in einem Glasfiterfilter gesammelten Partikeln durch einen 300°C heißen N₂-Strom extrahiert. Die in einer kalten Säule aufgefangenen Verbindungen werden gas-chromatographisch analysiert. Dazu wird die Säule direkt in den Gas-Chromatographen eingebaut, erhitzt und die Verbindungen auf einer Hauptsäule, die dieselbe Säulenfüllung wie die Vorsäule enthält, getrennt. Das Eluat wird mit einem spektrofluorimetrischen Gasphasen-Detektor registriert. Wegen der hohen Spezifität dieses Detektors ist eine Vorreinigung der Probe nicht erforderlich. Verbindungen, die auf der Säule nicht vollständig getrennt wurden, können häufig optisch aufgelöst werden. Das Verfahren ist wesentlich besser reproduzierbar, schneller und weniger aufwendig als herkömmliche Verfahren.

J. Chromatog. 99, 697-708 (1974). Golf South Res. Inst., New Iberia, La. (USA) R. H. Sterzel

The use of Benton 34-coated supports in column chromatography and their potential application in the field of organic pollution analysis. D. W. Grant, R. B. Meiris and M. G. Hollis.

Verwendung von Benton 34 in der Umweltanalytik; Chromatographie, Gas, Chromatographie, Flüssig.

Die Verwendung von Säulen mit Benton 34 als stationärer Phase in der Gas-fest-Chromatographie und der Flüssigkeits-Chromatographie wird diskutiert. Dabei wird besonders auf die Trennung polynuclearer Kohlenwasserstoffe und mono- und dihydrierter Phenole eingegangen. Sehr gute Trennungen von monohydrierten Phenolen mit guter meta-para-Selektivität wurde auf Säulen mit Glaskugeln, die mit einem flüssig-modifizierten Benton-34 beschichtet waren, erzielt. Die Modifizierung besteht im Zusatz von Trimersäure zur Vermeidung des Tailings der Phenole und durch Zusatz von Silicon OV-17 oder Squalan als nicht-polarem Additiv. (Eine typische Mischung zur Beladung der Glaskugeln bestand aus 0,08% Trimersäure-Benton+Additiv (2:1)). Ähnlich selektiv wirken in der hochauflösenden Flüssigkeits-Chromatographie Zipax-Säulen, die ausschließlich mit Benton 34 beschichtet waren. Man erhielt symmetrische Peaks für die mehrkernigen Kohlenwasserstoffe und Phenole. Messungen im ppb-Bereich, wie sie für Umweltuntersuchungen erforderlich sind, können mit UV-Detektor durchgeführt werden.

J. Chromatog. 99, 721-729 (1974). British Res. Assoc., Wingerworth, Chesterfield (Großbritannien)

R. H. Sterzel

Dilution device for coupling monitors to source emissions. J. B. Homolya and R. J. Griffin.

Analyse von Abgasen aus stationären Immissionsquellen; Umweltanalytik; kontinuierliche Probenahme in neuartiger Verdünnungskammer.

Die Probenahme von Rauch und Abgasen aus stationären Verunreinigungsquellen zum Zwecke der kontinuierlichen Überwachung bringt wegen der meist rel. hohen Temperatur dieser Gase, ihres oft stark korrosiven Charakters und des hohen Wassergehalts (> 6%) erhebliche Schwierigkeiten, da die meisten Meßsysteme einen derartigen Probenstrom nicht tolerieren. Verff. haben ein neuartiges Verdünnungssystem geschaffen, bei dem der Probenstrom in einer zylindrischen Kammer durch ein System rotierender Scheiben geleitet wird, die an bestimmten Stellen durchbohrt sind, so daß durch diese Öffnungen Bruchteile des Abgasstroms kontinuierlich abgesondert und mit gemessenen Mengen eines inerten Trägergases verdünnt werden. Der Aufbau dieser Verdünnungskammer wird anhand einer Konstruktionszeichnung erläutert.

Anal. Letters 7, 299-312 (1974). Environm. Protect. Agency, Nat. Environm. Res. Center, Res. Triangle Park, N. C. (USA) W. Czysz

Potentiometric determination of sulfur dioxide in flue gases with an ion selective lead electrode. M. Young, J. N. Driscoll and K. Mahoney.

Best. von Schwefeldioxid in Abgasen; Potentiometrie/Elektroden, ionenselektive.

Zunächst wird SO₃ in einem Vorwäscher mit 80% Iso-propanol entfernt. Das SO₂ wird in 3%igem wäßrigem H₂O₂ absorbiert und zu Sulfat oxidiert, welches durch Titration mit einer 0,01 M Pb(ClO₄)₂-Standardlösung gegen eine ionenselektive Bleielektrode nachgewiesen wird. Zur Zersetzung des H₂O₂ und um eine Oxidation der Pb-Elektrodenoberfläche zu verhindern, gibt man 0,1 - 0,2 g Zink zu der Lösung. Durch Zugabe von Kaliumhydrogenphthalat-Pufferlösung wird das Ausfällen von Zn(OH)₂ verhindert. Nach Erreichen des Endpunktes sollten noch 4-5 ml Titrierlösung zugesetzt werden. Als Endpunkt gilt der Wendepunkt der Titrationskurve bei der graphischen Darstellung des Potentials gegen die zugegebenen ml Pb(ClO₄)₂-Lösung. Die Ergebnisse stimmten mit den Werten der Ba²⁺-Thorintitration gut überein.

Anal. Chem. 45, 2283-2284 (1973). Walden Res. Corp., Cambridge, Mass. and Orion Res. Corp., Cambridge, Mass. (USA) G. Peters

Macroporous resins for sorption and chromatographic separation of gases. J. S. Fritz and R. C. Chang.

Trenn. von Gasen; Chromatographie, Gas; Prüfung von XAD-Harzen.

6 verschiedene Harze von Rohm and Haas (XAD 1, 2, 4, 7, 8, 11) wurden bei CH₄, C₂H₄, C₂H₆, NH₃, SO₂, H₂S, CO, CO₂, H₂O und C₂H₃Cl untersucht und für beide Zwecke für gut brauchbar gefunden. Mit Ausnahme von XAD-2 sind alle bis 200°C stabil. Die Retentionszeiten von polaren Gasen (H₂S, SO₂) sind bei

den Harzen mit verschiedenen chemischen Strukturen sehr unterschiedlich. Sie sind bei höheren Temperaturen kleiner und bei größeren Oberflächen größer. Methan, CO₂, C₂H₄, C₂H₆, H₂S und SO₂, oder Ar, Kr, Ne und Xe, CH₄ und O₂ können mit programmierter GC nebeneinander bestimmt werden. Die Harze sind aber auch zur Bestimmung von C₁-C₇-Alkoholen geeignet (76, 2 x 0, 63 cm-Säule, gefüllt mit XAD-7, 100 - 150 mesh. Temperatur programmiert, bis 168°C in 2 min, dann bis 239°C mit 30°C/min, dann 7 min bei 239°C. Wärmeleitfähigkeitsdetektor).

Anal. Chem. **46**, 938-940 (1974). Ames Lab. - USAEC and Dept. Chem., Univ. Ames, Iowa (USA) K. Jeney

Die Möglichkeiten der Konstruktion von IR-Absorptionsanalysatoren für Gase und Dämpfe mit Hilfe von Lichtdioden. D. V. Borman, I. V. Korablev, V. A. Rylov und N. V. Zotova.

Analyse von Gasen; Spektralphotometrie, IR; Analysatoren mit Lichtdioden.

Für die Bestimmung der Konzentration von C₂H₂, CH₄, NO₂, SO₂, CO₂ und Wasserdampf wurde ein Gasanalysator konstruiert, der auf dem Prinzip der Absorption der Gase im IR-Bereich arbeitet. Als selektive Quelle der IR-Strahlung werden Lichtdioden verwendet, deren Strahlungsbande relativ schmal ist und mit der Frequenz der Pulse der Elektroerregung leicht moduliert werden kann. Möglichkeiten zur Empfindlichkeitssteigerung und zur Senkung des Rauschpegels werden diskutiert.

Ž. Prikl. Spektrosk. **20**, 847-851 (1974) (Russisch). J. Šenkýř

The determination of small amounts of water in gases using Karl Fischer reagent. E. E. Archer und J. Hilton.

Best. von Wasser in Gasen, Volumetrie; verbesserte Endpunktbest. nach der KF-Methode.

Die bekannten Methoden zur Bestimmung von Wasser in Gasen mit Hilfe der Karl-Fischer (KF)-Titration sind wegen Schwierigkeiten bei der Endpunktsbestimmung nicht allgemein anerkannt. Es werden zwei Verfahren beschrieben, die diese Schwierigkeiten überwinden. Im ersten Verfahren wird Wasser durch Adsorption in KF-Reagens und direkte Titration bestimmt, wobei die früher (Analyst **92**, 524 (1967)) beschriebene Meßanordnung verwendet wird. Im zweiten Verfahren wird das Wasser in einer kurzen Säule mit 30% PEG 200 auf Celite bei tiefen Temperaturen (Trockeneis/Aceton) abgefangen, im trockenen N₂-Strom desorbiert und in die KF-Zelle geleitet und titriert. Beide Methoden sind für die Analyse aller Gase geeignet, die nicht mit KF-Reagens reagieren. Unter der Annahme, daß noch 0,01 ml Titrierflüssigkeit mit hinreichender Genauigkeit dosierbar sind, sind Wassermengen von 2 ppm (direkte Methode) bzw. 0,2 ppm (Säulenmethode) bestimmbar.

Analyst **99**, 547-550 (1974). BP Ltd., Group Res. and Dev. Dept., Epsom, Surrey (Großbritannien) B. Seifert

Einige Besonderheiten der Mikroanalyse von Sauerstoff auf Zeolith. V. I. Kalmanovskij, V. I. Martynjuk, A. K. Černjatin, Ja. I. Jašin und V. A. Šešenin.

Best. von Sauerstoff in Gasen; Chromatographie, Gas; modifiziertes Zeolith.

Da bei der gas-chromatographischen Bestimmung von kleineren Mengen von O₂ als 2 · 10⁻³ Vol. % auf Zeolithen die Retentionszeiten erheblich verlängert werden, haben Verff. eine Methode der Modifizierung der Zeolithe ausgearbeitet, die dies beseitigt: Am besten eignet sich das Zeolith CaX. Die mit dem Zeolith gepackte Kolonne wird 2 h bei 400°C mit He und dann 1 h bei Raumtemperatur mit dem Gemisch von O₂ und CO₂ durchgeblasen. Dann wird die Kolonne in den Chromatographen eingesetzt und 2 h bei 150°C mit gereinigtem He durchgeblasen. Diese Modifizierung des Zeoliths ermöglicht O₂ neben N₂ bis zu 8 · 10⁻⁶ Vol. % zu bestimmen. Die Analysen wurden bei Temperatur von 40°C der Kolonne und des He-Detektors durchgeführt.

Zavodsk. Lab. **49**, 791-792 (1974) (Russisch).
Filiale d. Versuchs-Konstruktionsbüro f. Automatik,
Dzeržinsk (UdSSR) E. Svátek

Modified methylene blue method for the micro-determination of hydrogen sulphide. N. A. Matheson.

Best. von Schwefelwasserstoff in Mikromolmengen; Spektralphotometrie; modif. Molybdänblaumethode.

Zur Bestimmung von H₂S in Mengen von 0,04-0,4 µMo wird ein photometrisches Verfahren angegeben, bei dem H₂S über die Molybdänblau-Reaktion bestimmt wird. Gegenüber bereits bekannten Verfahren, die ebenfalls auf dieser Reaktion beruhen, sind folgende Veränderungen hervorzuheben: eine neue, einfache Auffangvorrichtung für H₂S, der Zusatz eines Detergens zur Absorptionslösung und die Veränderung der Konzentrationen einiger Reagentien.

Analyst **99**, 577-579 (1974). Rowett Res. Inst., Bucksburn, Aberdeen (Großbritannien) B. Seifert

Bestimmung der Oxidierbarkeit von Natur- sowie Industrie-Wässern bei einem niedrigen Gehalt organischer Verunreinigungen. Ju. Ju. Lurie und Z. V. Nikolaeva.

Analyse von Wasser; Spektralphotometrie; Oxidierbarkeit mit K₂Cr₂O₇.

Die spektrophotometrische Methode der Bestimmung der Verunreinigung von Natur- und Industrie-Wässern durch organische Verbindungen beruht auf der Sorption des Cr(III), das bei der Oxidation der Probe mit K₂Cr₂O₇ entsteht, an MgO bei pH 10,5 und der Messung der Absorption des Komplexes von Cr(III) mit ÄDTA; Empfindlichkeit der Bestimmung 2 mg O₂ pro Liter. Der Fehler der Bestimmung beträgt -6% bis +5% bei etwa 5 mg O₂ pro Liter bzw. -2% bis +3% bei höheren O₂-Gehalten. Der Chlorid-Gehalt muß bei der Bestimmung berücksichtigt werden.

Ž. Anal. Chim. 28, 1433-1434 (1973) (Russisch, mit engl. Zus. fass.). Forschungsinst. Wasserversorgung, Kanalisation, hydrotechnische Bauten und Ingenieur-Hydrogeologie, Moskau (UdSSR) F. Jančík

The colorimetric determination of cyanate ion with hydroxylamine-diacetyl monoxime. K. Ishii, T. Iwamoto and K. Yamanishi.

Best. von Cyanat in Wasser mit Hydroxylamin und Diacetylmonoxim; Spektralphotometrie.

The colorimetric determination of cyanate ion by diacetyl monoxime was studied. Cyanate ion reacts with hydroxylamine at 60°C and converts into hydroxyurea. Resulting hydroxyurea reacts with diacetyl monoxime in the presence of acidic catalyst at 100°C and produces red color. The calibration curve follows the Beer's law in the range of 0 - 20 ppm CNO⁻ in samples. The recommended analytical procedure is as follows: To 0,5 ml of hydroxylamine solution a mixture of 2,0 ml of a neutral sample solution and 1,5 ml of 0,2 M phosphate buffer solution (pH 7,0) is added. After heating the mixture for 30 min in a water bath at 60°C, 1,0 ml of diacetyl monoxime solution and 2,0 ml of acidic catalyst solution are added. The mixture is heated for 15 min in a boiling water bath. After cooling in tap water, the absorbance is measured at 520 nm against a reagent blank prepared in the same way. The acidic catalyst solution contains sulfuric acid, phosphoric acid, thiosemicarbazide and iron alum. The effects of diverse ions on the absorbance of a colored product were examined. This procedure is also applicable to the analysis of various types of industrial waste water.

Japan Analyst 23, 1071-1073 (1974) (Japanisch, mit engl. Zus. fass.). Wako Pure Chem. Ind., Tokyo Res. Lab., Matoba, Kawagoe-shi, Saitama (Japan)

A rapid and sensitive method for determination of submicrogram amounts of ammonia in fresh and sea waters. K. Matsunaga and M. Nishimura.

Best. von Ammonium in Wasser; Spektralphotometrie; Submikrogrammbereich.

Zur Bestimmung von NH₃ im unteren µg-Bereich werden 25 ml der Probe bei 35°C mit 2 ml einer Oxidationslösung (5 ml 0,2 M Natriumhypochloritlösung werden mit 50 ml einer 7%igen Kaliumbromidlösung in 2,5 M Natronlauge vermischt) versetzt. Nach 2 min werden 1 ml 0,05%iger Arsenitlösung und 2 ml 1%ige Lösung von Sulfanilamid in 3,5 M Salzsäure sowie 1 ml 0,1%ige N-1-Naphthyläthylendiamin-dihydrochlorid hinzugegeben. Nach 5 min wird bei 543 nm gegen Wasser photometriert. Bei 0,5 ppb beträgt die relative Standardabweichung 4%.

Anal. Chim. Acta 73, 204-208 (1974). Dept. Chem. Fac. Fisheries, Hokkaido Univ., Hakodate (Japan) K. Henning

The determination of nitrate in waters at low ppm levels by automatic discrete-sample analysis. J. Ramirez-Muñoz.

Best. von Nitrat in Wasser; Autoanalysator.

Die automatische Bestimmung bis zu 40 ppm Nitrat in Wasser wird mit Hilfe des Analysengerätes AMA-40 der Fa. Beckman ausgeführt, jedoch wird der Unterbrechungsmodus ausgeschaltet. Die Arbeitsweise beruht auf der Absorptionsmessung bei 207 nm, wobei zur Blindwertermittlung in einem zweiten aliquoten Teil der Probe die von R. Navone (J. Am. Water Works Ass. 56, 781 (1964)) angegebene Zersetzung von Nitrat mit Hilfe des Cu/Zn-Paares durchgeführt und erneut photometriert wird.

Anal. Chim. Acta 72, 437-442 (1974). Beckman Instruments, Inc., Irvine, Calif. (USA) K. Henning

An ion exchanger-epoxy resin pelletization method for sample preparation in X-ray fluorescence analysis. Microanalysis of metal ions in industrial waste water. M. Murata and M. Noguchi.

Best. von Metallen in Abwasser; Röntgenfluoreszenz-Spektrometrie; Ionenaustauscher-Harz-Tabletten.

Ein Verfahren zur Herstellung von Tabletten für die Proben in der Röntgenfluoreszenzanalyse wird unter Verwendung von Epoxyharzen als Binder für Ionenaustauscherharz entwickelt. Das neue Verfahren wird zur Mikroanalyse von Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Sr, Ba, Pb und Bi in Industrieabwässern eingesetzt. Die hergestellten Preßlinge sind mechanisch stabil und es wird mit ihnen eine gute Empfindlichkeit und Reproduzierbarkeit erreicht. - Arbeitsweise. Die Probelösung, 5 ml innere Standardlösung (Co 200 µg/ml) und konz. HNO₃ werden mit Wasser auf 500 ml aufgefüllt. Die Temperatur wird auf 40°C gehalten. Nach Zufügen von 6 g Kationenaustauscherharz wird 10 min gerührt, filtriert und das Harz gewaschen und getrocknet. Zur trockenen Harzprobe werden 1,5 g Epoxyharz als Binder zugemischt. Die Mischung wird auf einer Eisenplatte mit Teflonbeschichtung in einem Aluminiumring gepreßt. Es wird ein Blindpreßling angefertigt, dessen Werte von der Probe abgezogen werden müssen. Die Nachweisgrenzen für Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Sr, Ba, Pb und Bi werden mit 0,015, 0,012, 0,005, 0,008, 0,004, 0,009, 0,29, 0,017 bzw. 0,020 ppm angegeben.

Anal. Chim. Acta 71, 295-302 (1974). Murata Mfg. Co., Ltd., Nishijin-cho, Nagaokakyo-shi (Japan) R. H. Sterzel

Die Bestimmung sehr geringer Gehalte an Beryllium mittels flammenloser Atomabsorptions-Spektrometrie (AAS). J. Janoušková, Z. Šulcek und V. Sychra.

Best. von Beryllium in Wasser; Spektralphotometrie, Atomabsorption; Mineralwasser.

Das übliche Verfahren zur Be-Bestimmung in Mineralwasser westböhmischer Bäder über Abtrennung und Anreicherung mittels Säulen-Chromatographie auf Kieselgel, Eluieren mit HCl und fluorimetrische Be-

stimmung mit Morin läßt zwar eine einigermaßen genaue Bestimmung zu, das Verfahren ist jedoch zeitlich sehr aufwendig. Durch flammenlose AAS lassen sich Be-Gehalte im ppb-Bereich mit hoher Genauigkeit ohne Abtrennung bzw. Voranreicherung bestimmen. Die Messungen wurden am Einstrahlgerät Perkin-Elmer 300 mit Graphitrohrküvette HGA-70 und Deuteriumkompensator, zum Teil am Varian-Techtron Modell AA-1000 mit CRA-63 (¹²C-Rod-Atomizer) durchgeführt. Registrierung erfolgte über Schreiber Perkin-Elmer Modell 56 bzw. Varian A-25 mit Zeitkonstanten < 0,25 sec. Probenahme: In 5 min Abständen werden je 1 l Wasserprobe bis zu 5 l Gesamtvolumen abgenommen und mit 10 ml HCl, konz., Suprapur/l sofort angesäuert. Proben mit > 20 ppb Be werden 5-fach verdünnt. Für normale AAS werden 100 ml auf 25 ml eingengt. - Optimale Arbeitsbedingungen: 10 - 20 µl Probe einbringen, 30 sec bei 100°C trocknen, 30 sec bei 1100°C zwischenglühen, 15 sec bei 2650°C atomisieren. Von üblichen Begleitelementen verursacht Sulfat eine leichte Depression (-14%), Mg einen schwachen Anstieg (+11%). Diese unterschiedlichen Einflüsse kompensieren sich leider nicht, Mg-haltige Lösungen ergeben 10 - 15% höhere Werte. Die Reproduzierbarkeit der jeweiligen Be-Signale aus 15 verdünnten Wasserproben des Mühlbrunnens in Karlsbad ist ausgezeichnet, die relative Standardabweichung liegt bei 2,2%. 64 ppb Be lassen sich mit einer Genauigkeit von ± 1,3 ppb Be bestimmen. Die Nachweisbarkeitsgrenze liegt bei 0,05 ppb Be.

Chem. Listy 68, 969-973 (1974). Fak. Rohöltechnol. Petrochem., Chem. technol. Hochschule, Prag (Tschechoslowakei) G. Preis

Über die komplexometrische (chelatometrische) Bestimmung von Calcium und Magnesium mit elektro-metrischer Indikation in Wässern, insbesondere in Heil- und Mineralwässern. W. Fresenius, W. Schneider und G. Thielicke.

Best. von Calcium und Magnesium in Wasser, Mineralwässern; Komplexometrische Titration; elektro-metr. Indikation.

Zur komplexometrischen Bestimmung von Calcium- und Magnesium-Ionen in Wässern wird ein Verfahren beschrieben, das brauchbare Übereinstimmung mit den Werten der gravimetrischen Standardmethode und denen anderer maßanalytischer Methoden ergibt. Dabei werden die Ca- und Mg-Ionen (für die Summenbestimmung) in ammoniakalischer Lösung bei pH 10 durch Na₂-ÄDTA, in einer getrennten Einwaage (für die Ca-Bestimmung) durch Na₂-ÄGTA komplex gebunden. Die Titrationsfolgen erfolgen mit einer Geschwindigkeit von 0,2 - 0,5 ml/min. Die Titrationskurve wird mit Hilfe einer vorbehandelten Doppelelektrode (die Anode ist mit Thalliumoxid beschichtet) unter Anwendung eines konstanten Polarisationsstroms (5 - 10 µA, Empfindlichkeit des Potentiograph E 336 A = 250-270 mV) aufgezeichnet. Überschüssiges freies Komplexon in der Analysenlösung führt zu anodischer Depolarisation, erkennbar an einer scharfen Wende der Titrationskurve. Zur Auswertung wer-

den der flach verlaufende und der steil abfallende Ast der Kurve gegeneinander verlängert. Der Schnittpunkt entspricht dem Titrationsendpunkt. Eine Blindwertbestimmung wird in gleicher Weise durchgeführt. - Das in fast allen Heilwässern vorkommende Strontium wird zusammen mit dem Calcium erfaßt. Deshalb muß nach getrennter (z. B. flammenspektrometrischer) Sr-Bestimmung dieser Wert nach Umrechnung vom Calciumergebnis abgezogen werden.

Heilbad u. Kurort (Z. Bäderwesen) 1974, 378-382. Inst. Fresenius, 6204 Taunusstein-4. W. Czysz

Über den Nachweis und die quantitative Bestimmung von Barium und Thallium in Heilwässern. W. Fresenius und W. Schneider.

Best. von Barium und Thallium in Wasser, Mineralwässern; Röntgenfluoreszenz-Spektrometrie; Anreicherungsverfahren.

Für die Bestimmung von Spuren Barium- und Thallium-Ionen in Mineral- und Heilwässern wurden Anreicherungsverfahren entwickelt, die die anschließende Erfassung durch Röntgenfluoreszenz ermöglichen. Zur Bestimmung von Bariumgehalten bis etwa 0,01 mg/kg wird die angesäuerte Probe (1 l) auf etwa ein Viertel des Volumens eingengt, mit NH₄OH neutralisiert, und mit Na₂CO₃ (anwesendes Ca- und Sr-Ion als Träger) das Barium ausgefällt. Die mit wenig heißer verd. HCl aufgenommenen Carbonate werden aus neutraler Lösung nach Zugabe von Bleichloridlösung als Chromate ausgefällt. Der auf dem Membranfilter gesammelte Niederschlag wird zur RFA verwendet (Ba-L α -Linie, Vakuum, 20 mA bei 60 kV, PE-Kristall und Durchflußzähler). - Für die Thalliumbestimmung werden Wasserproben von 5 - 20 kg zur Trockne eingedampft und mit HCl stark angesäuert (möglichst geringes Volumen). Man leitet H₂S ein, versetzt im Falle nicht genügenden Eisens mit FeCl₃-Lösung als Träger, leitet weiter H₂S ein und filtriert nach 12 h den Niederschlag über ein Membranfilter, das zur RFA eingesetzt wird (Tl-L β -Linie, 25 mA bei 60 kV, LiF-Kristall und Szintillationszähler). Erfassungsgrenze etwa 0,005 mg Tl/kg Wasser.

Heilbad u. Kurort (Z. Bäderwesen) 1974, 383. Inst. Fresenius, 6204 Taunusstein-4. W. Czysz

The determination of cadmium in sea water by radio-activation. H. V. Weiss, K. Chew, M. Guttman and A. Host.

Best. von Cadmium in Wasser; Aktivierungsanalyse, Neutronen; Seewasser.

Zur Bestimmung von Cd in Seewasser, das etwa 1 ppb Cd enthält, wird zunächst bei pH 7-8 durch Zugabe von Oxinlösung (10 ml 10%ige äthanolische Lösung/1 l Seewasser) eine Spurenanreicherung an den ausfallenden Oxinkristallen vorgenommen. Anschließend wird in konz. Salpetersäure gelöst, mit Wasser verdünnt und 1 h im Neutronenfluß von $2 \cdot 10^{12} \text{ n/cm}^2 \cdot \text{sec}$ aktiviert. Dann wird nach Zugabe von Cadmium-Trägerlösung ein chemischer Trennungsgang über die Aus-

fällung als Sulfid durchgeführt und anschließend Cu und Fe(III) abgetrennt. Der Gehalt wird über den β -Zerfall von ^{115}Cd - ^{115}In ermittelt, der innerhalb der 47. bis 147. h linear ist und eine Halbwertszeit von 53,5 h besitzt. Bei $0,737 \mu\text{g Cd}$ beträgt die relative Standardabweichung 4,8%.

Anal. Chim. Acta 73, 173-176 (1974). Naval Undersea Ctr., San Diego, Calif. (USA) K. Henning

Bestimmung von Cadmium durch Inversvoltamperometrie in einer Natriumsulfidlösung als Trägerelektrode. J. M. López-Fonseca, P. Sanz-Pedrero und M. T. Bugueiro.

Best. von Cadmium in Wasser; Voltammetrie, inverse: in Na_2SO_3 -Lösung.

Natriumsulfid beseitigt chemisch den gelösten Sauerstoff. Als stationäre Elektrode dient ein Quecksilbertropfen, als Bezugs elektrode die GKE. Die Gummidichtung, welche hermetisch die Capillare zum Mikrodosator verbindet, muß oft getauscht werden. Nach einiger Zeit muß die Capillare mit Äthanol und Äther gewaschen werden, damit sie von Spuren ins Innere eingedrungener Substanzen befreit wird. Die Methode wurde praktisch zur Cadmiumbestimmung in Trinkwässern verwendet. - Arbeitsweise. Ins Elektrolysegefäß gibt man 25 ml Wasserprobe und 25 ml 0,2 M Natriumsulfidlösung. Die Vorelektrolyse bei -1,0 V dauert 10 min bei elektromagnetischem Durchrühren und 1 min bei abgeschaltetem Rührer, wobei die Quecksilbertropfenoberfläche $1,38 \text{ mm}^2$ beträgt. Die Potentialänderungsgeschwindigkeit im Auflösungszyklus wird auf 0,4 V/min eingestellt. Die Nachweisgrenze liegt bei $0,001 \mu\text{g Cd/ml}$, Blei stört die Bestimmung nicht. Das Verfahren zweier Standardzugen ist der Eichkurve vorzuziehen (Änderungen der Elektrodenoberfläche).

Quim. Anal. 28, 33-37 (1974). Dept. Fisico-Quim., Sección Quim. Fis. Biol., C. S. I. C., Fac. Farm., Santiago (Spanien) B. Tvaroha

A method of electrolytic enrichment for mercury of the ppb level in sea water. K. Hiio, A. Kawahara and T. Tanaka.

Abtrenn. von Quecksilber aus Wasser; Elektrolyse.

A trace amount of mercury in sea water was enriched by an electrolysis using a platinum net and a platinum wire electrode. Mercury was deposited on the cathode of platinum net by the first electrolysis at -0,2 V (vs. SCE) of the electrolytic potential when a 1,5 V of voltage was applied, and then dissolved into 125 ml of 1 N nitric acid by the second electrolysis. The amount of the dissolved mercury was determined by a mercury ion selective electrode or a mercury analyser. For the quantitative deposition of mercury it was necessary to electrolyse for 2 h in 0,5 l of sample solution and 20 h in 5 l. For the dissolution of the deposited mercury, 5-10 sec of electrolysis period should be adopted. Co-existing metal ions such as copper(II), lead, cadmium and iron(III) ions did not affect on the recovery of mercury. Under the optimum condition, recovery of mercury was 83-93%.

This method for the enrichment of mercury could be applied to sample solutions ranging in the mercury concentration from 2 to 200 ppb and the volume from 0,5 to 5 l.

Japan Analyst 23, 1075-1078 (1974). (Japanisch, mit engl. Zus. fass.). Governm. Ind. Res. Inst. Osaka, Midoriga, Ikeda-shi, Osaka (Japan)

Ethanol as a solvent in the determination of arsenic in marine extracts by atomic absorption spectrophotometry. G. Lunde and P. E. Paus.

Best. von Arsen in Biolog. Material; Spektralphotometrie, Atomabsorption; marine Proben.

Arsen, das in marinen Organismen in der Größenordnung von 20 bis mehr als $100 \mu\text{g/g}$ Trockengewicht enthalten ist, wird nach dem Homogenisieren des getrockneten Materials gewöhnlich mit dest. Wasser im Verhältnis 2 T. Wasser:1 T. Probe unter 20 min Kochen extrahiert. Hierdurch wird eine Anreicherung von Arsen auf mehr als 300 ppm, bezogen auf das Trockengewicht, erzielt. In der so hergestellten Lösung kann Arsen durch Atomabsorption bestimmt werden. Verf. haben das Extraktionsverfahren in der Weise modifiziert, daß sie den wäßrigen Extrakt im Vakuum nahezu zur Trockne eindampfen und ihn dann mit 100 ml 90%igem Äthanol aufnehmen. Hierdurch erzielten sie eine Steigerung der Empfindlichkeit in der atomabsorptiometrischen Bestimmung um den Faktor 4-5. Die Absorptionsmessung erfolgte bei 193,7 nm unter Verwendung einer Luft/Acetylenflamme. Bei einer rel. Standardabweichung von 10% waren die Ergebnisse mit denen der Röntgenfluoreszenzspektrometrie vergleichbar. Untere Nachweisgrenze $1 \mu\text{g/ml}$ auf der Basis des Trockengewichts.

Anal. Letters 7, 363-369 (1974). Central Inst. Ind. Res., Blindern, Oslo (Norwegen) W. Czysz

Die Bestimmung der Spuren von Selen in Mineralwässern. M. Sadilková.

Best. von Selen in Wasser, Mineralwässern; Spektralphotometrie; Abtrenn. am Kationenaustauscher.

Die vorgeschlagene Methode beruht auf der gegenüber dem Präzipitations- und Destillationsverfahren vereinfachten Abtrennung des Selens durch Adsorption an einem Kationenaustauscher (Katex S, 50-100 mesh, H^+ -Zyklus), von dem es mit verd. Salzsäure eluiert werden kann. Voraussetzung für eine quantitative Adsorption ist die Anwesenheit von genügend Eisen(III), das man als FeCl_3 -Lösung der Mineralwasserprobe vor Aufgabe auf die Säule zusetzt. Die Lösung wird auf pH 2 eingestellt, CO_2 entfernt man durch Kochen. Die photometrische Bestimmung erfolgt nach K. Cheng (Anal. Chem. 28, 1738 (1956); vgl. diese Z. 157, 117 (1957)) mit 3,3'-Diaminobenzidin, Extraktion mit Toluol und anschließender Absorptionsmessung bei 420 nm. Die Anwesenheit von Na^+ , K^+ , Ca^{2+} und Mg^{2+} hat keinen Einfluß auf die Sorption von Se, falls ihre Summe nicht die Kapazität der Säule übersteigt. Bei der praktischen Anwendung des Verfahrens in natürlichen und künstlichen Mineralwässern mit max.

100 mVal Kationen im Liter wurde zugesetztes Se mit rel. Fehlern von 2 - 6% wiedergefunden.

Balneol. Bohem. 2, 48-53 (1974). Forsch.-Inst. Balneol., Mariánské Lázně (Tschechoslowakei)
W. Czysz

Determination of selenium in environmental samples using gas chromatography with a microwave emission spectrometric detection system. Y. Talmi and A. W. Andren.

Best. von Selen in Umweltmaterial; Chromatographie, Gas; mit Mikrowellen-Emissionspektrometrie-Detektor.

Chromatographie, Gas/Detektoren: Mikrowellen-Emissionspektrometrie-Detektor.

The applicability of a gas-chromatograph with a microwave emission spectrometric detector (GC-MES) to the determination of trace amounts of selenium in environmentally-based samples is described. The analysis is based on chelating Se(IV) with 5-nitro-phenylene diamine (PD) to form the thermally stable and volatile piaselelol complex. This is followed by its extraction into toluene, separation by the GC, and, finally, determination by the MES via monitoring the emission intensity at the 204-nm selenium line. Various parameters affecting the formation and extraction of the piaselelol complex such as time dependence, composition of digestion solution, selenium loss, and oxidation of the PD reagent are discussed along with some potential interfering parameters such as matrix composition, oxidation state of the selenium, and column deterioration. The detection limit for selenium is 40 pg and the relative sensitivity is 0,1 µg/liter for water samples and 15 ppb for solid samples. Samples analyzed included biological and plant tissues, coal, fly ash, and scrubber solutions. The relative error ranged from 0-17, 5% and the relative standard deviation from 2, 2-9, 5%.

Anal. Chem. 46, 2122-2126 (1974). Anal. Chem. Div., Oak Ridge Nat. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA)

An improved method for determination of trace quantities of phenols in natural waters. B. K. Afghan, P. E. Belliveau, R. H. Larose and J. F. Ryan.

Best. von Phenolen in Wasser; Fluorimetrie; nach Extraktion.

Ein Extraktionsverfahren zur Trennung und Konzentrierung niedriger Phenolgehalte wird beschrieben. Die Phenole werden mit n-Butylacetat oder Isoamylacetat aus den Wasserproben extrahiert und dann mit NaOH rückextrahiert. Der Endextrakt kann mit 4-Aminoantipyrin UV-spektrometrisch und/oder fluorimetrisch analysiert werden. Die empfindlichste Methode war die Extraktions-/Fluorimetrie-Methode; die Nachweisgrenze betrug 0,1 µg/l Phenol. Die Proben konnten durch Zusatz von HCl konserviert werden.

Anal. Chim. Acta 71, 355-366 (1974). Canada Center Inland Water, Dept. Environm., Burlington, Ontario (Kanada)
R. H. Sterzel

A highly sensitive technique for the liquid chromatographic analysis of phenols and other environmental pollutants. A. W. Wolkoff and R. H. Larose.

Best. von Phenolen in Wasser, Abwasser; Chromatographie, Flüssig; Umweltanalytik.

Ein hochempfindliches flüssig-chromatographisches Verfahren zur Analyse von Phenolen und anderen umweltgefährdenden Substanzen wird beschrieben. Dazu werden Wasserproben mit n-Butylacetat extrahiert, dann in 1,6 N NaOH rückextrahiert und Sulfide und Mercaptane mit 10^{-3} M Wismutnitrat entfernt. Die Flüssigkeits-Chromatographie wird mit zwei verschiedenen Säulen ausgeführt: eine mit Bondapak C18/Corasil und die andere mit Permaphase ODS. Zur Elution wird ein Gradientensystem aus Acetonitril und Wasser eingesetzt. Nach UV-Registrierung des Effluats wird dieses mit Hilfe einer Pumpe in kleine Mengen geteilt, die mit einer Mischung aus Ce(IV)-Sulfat und 23 N H₂SO₄ versetzt werden. Nach Thermostatisierung auf 25°C gelangt die Mischung in ein Fluoreszenzspektrophotometer, in dem das entstandene Ce(III) nachgewiesen wird. Der Detektor zeigt im Bereich von 10-230 ppb Phenol eine gute Linearität. Zusammen mit passenden Konzentrationstechniken können durch diesen Detektor Phenole in Umweltproben bis zu 0,4 ppb nachgewiesen werden.

J. Chromatog. 99, 731-743 (1974). Dept. Environm., Centre Inland Waters, Burlington, Ontario (Kanada)
R. H. Sterzel

Microdetermination of p-coumaric acid in water by gas chromatography. T. Katase and T. Han-Ya.

Best. von p-Cumarinsäure in Wasser; Chromatographie, Gas.

Analytical method of p-coumaric acid in water was studied in a microgram scale. p-Coumaric acid in a distilled or natural water was quantitatively extracted with diethyl ether. p-Coumaric acid was trimethylsilylated with N-, N-, bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide (BSTFA) for gas chromatography. The trimethylsilyl(TMS)-derivative of p-coumaric acid was eluted in 2,3 min at 200°C on a glass column 2,25 x 4 mm (o. d.) containing 1,5% OV-17 on Chromosorb W with a gas chromatograph equipped with a flame ionization detector. Eicosane was used as an internal standard substance. The calibration curve was linear for p-coumaric acid in the range of the injection size 0,1 - 5 µg. The coefficient of variation for the RWR was within 2%.

Japan Analyst 23, 1211-1217 (1974) (Japanisch, mit engl. Zus. fass.). Dept. Chem., Tokyo Metropol. Univ., Fukasawa, Setagaya-ku, Tokio (Japan)

Determination of N, N-dialkyl dithiocarbamates in wastewater by thin-layer densitometry. F. I. Onuska.

Best. von N, N-Dialkyl-dithiocarbamaten und Tetramethylthiuramsulfiden in Abwasser; Chromatographie, Dünnschicht/Densitometrie.

N, N-Dialkyl-dithiocarbamate (Dimethyl, Diäthyl, Di-n-butyl), Tetramethylthiuram-disulfid und -monosul-

fid in industriellen Abwässern wurden als Kupferkomplexe dünn-schicht-chromatographisch getrennt und direkt auf der Platte densitometrisch bestimmt. Die durch Zugabe von Kupfer(II)-chlorid komplexierten Verbindungen wurden mit Chloroform extrahiert, der Extrakt im Vakuum zur Trockne gebracht, mit wenig Chloroform aufgenommen und auf 6060-Silicagel-Fertigplatten von Eastman (40 min bei 110°C aktiviert) 12 cm mit Benzol/Äthylacetat/Aceton (100:50:1) oder Benzol/Äthylacetat/n-Butanol (50:1:1) entwickelt. Die Anfärbung erfolgte durch Besprühen mit einer Stärkelösung und anschließend mit einer Lösung aus 3 g NaN₃ in 100 ml 0,1 N Jodlösung. Zur quantitativen Messung verwendete man einen Photovolt Densitometer 520 M mit entsprechenden Zusatzvorrichtungen, Gelbfilter (410 nm), Spaltbreite 0,1 mm, Abstand von der Platte 1 mm. Bei der Bestimmung von mg-Mengen wurden Variationskoeffizienten von 2-6% erhalten.

Anal. Letters 7, 327-334 (1974). Canada Centre Inland Waters, Burlington, Ontario (Kanada) W. Czys

Use of macroreticular resins in the analysis of water for trace organic contaminants. G. A. Junk, J. J. Richard, M. D. Grieser, D. Witiak, J. L. Witiak, M. D. Arguello, R. Vick, H. J. Svec, J. S. Fritz and G. V. Calder.

Abtrenn. von Organ. Verunreinigungen, Pesticiden in Wasser; Chromatographie, Säulen; Makroreticularharz.

Organische Verunreinigungen können aus Wasser durch Sorption auf einer kleinen Säule mit makrovernetztem Harz abgetrennt werden. Dazu wird eine Säule mit XAD-2 oder XAD-4 Harz (2 g) gefüllt. Dann wird das 2 l Vorratsgefäß über der Säule mit 1000 ml des zu untersuchenden Wassers gefüllt, bestimmte organische Verbindungen in bekannter Menge in Diäthyläther oder Methanol werden zugegeben. Das Wasser läuft mit 30-50 ml/min durch die Säule. Anschließend wird mit Diäthyläther eluiert, das Eluat konzentriert, die Verbindungen gas-chromatographisch getrennt und quantitativ bestimmt. Die Identifizierung erfolgt durch Kopplung von GC und MS. Mit Hilfe dieses Verfahrens konnte eine große Anzahl von Modellverbindungen, die dem Wasser zugesetzt worden waren, im 10- bis 100-ppb-Bereich (20 Parts per Trillion bei Pesticiden) bestimmt werden.

J. Chromatog. 99, 745-762 (1974). Ames Lab. USAEC, Dept. Chem., Iowa State Univ. Ames, Iowa (USA) R. H. Sterzel

Elektrode mit flüssiger Membran für die Bestimmung des Dodecylsulfat-Anions. Gr. Popa, B. Geafar und C. Luca.

Best. von Dodecylsulfat und Derivaten in Wasser, Abwasser; Potentiometrie; Elektrode mit flüssiger Membran.

Die Elektrode mit flüssiger Membran besteht aus einer Lösung von Dodecylsulfat-Cetylhexyl-Ammoniumdimethyl in Nitrobenzol auf Holzkohleträger.

Das Potential dieser Elektrode ist unabhängig von der Konzentration des Dodecylsulfats in einer wässrigen Lösung, wodurch die Möglichkeit geschaffen wurde, eine Methode zur potentiometrischen Bestimmung dieses Ions zu entwickeln. Die Methode gestattet die Bestimmung der anionischen Detergentia (auf Dodecylsulfat-Basis) in den Abwässern und an der Oberfläche der Gewässer. Die Auswertungsgrenzen der Methode wurden von 10⁻² bis 5 · 10⁻⁴ Mol · l⁻¹ Dodecylsulfat angesetzt.

Rev. Chim. 25, 748 (1974) (Rumänisch) (Rumänien). S cet Z 1/Z 1960 TIB

Vacuum fusion aluminium bath method for the determination of hydrogen in copper. A. Colombo.

Best. von Wasserstoff in Kupfer; Vakuumschmelzverfahren; Al-Bad.

Zur Bestimmung von Wasserstoff in Kupfer wird die Vakuumschmelztechnik mit Aluminium im Graphittiegel angewendet, wobei die Vakuumschmelzapparaturen der Firmen H. Feichtinger, Schaffhausen, Schweiz (Typ StRe 0583) und Heraeus, Hanau (Typ VHC) benutzt werden. Die letztere Apparatur wird nach Umrüstung des Gas-Chromatographen auf einen Thermistor-Detektor mit Graphittiegeln von 26 mm Ø und 32 mm Höhe eingesetzt. Die verwendeten Graphittiegel werden zunächst 2-3 h bei 1500-1600°C entgast. Eingegeben werden 0,5 - 1 g Probenmaterial. Die Höhe des Aluminiumbades kann zwischen 10 - 20 mm betragen. Die Nachweisgrenze beträgt 0,05 ppm.

Anal. Chim. Acta 72, 401-406 (1974). Chem. Div., Joint Nucl. Res. Ctr., Euratom Ispra Varese (Italien) K. Henning

Determination of oxygen in copper powder and copper compounds. (Studies on oxygen determination by carrier gas methods. VII.). T. Kuriki, K. Ohsawa and K. Imaeda.

Best. von Sauerstoff in Kupfer und Kupferverbindungen; Reaktionsträgergas-Methode; Pulverproben.

The oxygen content of copper powder and various copper compounds was determined by reaction carrier gas method. The determination procedure is as follows: Naphthalene as a reaction agent is placed on a reaction agent boat after weighing and the boat is put into the apparatus with a sample boat at the same time. In this method the results of oxygen determination in copper (I) oxide, copper (II) oxide, copper nitrate, copper selenite and copper sulfate were in good agreement with those of their theoretical values, and also the oxygen in copper powder and copper powder heated in air could be determined. One analysis required approximately 40 min.

Japan Analyst 23, 1208-1210 (1974) (Japanisch, mit engl. Zus. fass.). Pharm. Lab., Hoechst Japan Ltd., Minimidai, Kawagoe-shi, Saitama (Japan)

The use of an argon-hydrogen flame for the atomic absorption and atomic fluorescence spectrometry of antimony. J. D. Norris and T. S. West.

Best. von Antimon in Kupferlegierungen; Spektralphotometrie, Atomfluoreszenz; Ar-H₂-Flamme.

Ein Verfahren zur Sb-Bestimmung in Kupfer-Legierungen unter Verwendung einer Extraktion mit Methylisobutylketon aus 6 M HCl und anschließender atomfluoreszenzspektrometrischer Bestimmung mit einer Ar/H₂-Flamme wird beschrieben. Dazu werden 0,1 - 0,2 g Legierung in 6 ml HCl und 2 ml HNO₃ gelöst, dann wird auf 100 ml verdünnt. 10 ml davon werden mit 60 ml HCl verdünnt und wieder auf 100 ml mit Wasser aufgefüllt. 20 ml dieser Lösung werden mit 0,5 ml 5% NaNO₂-Lösung versetzt und 1 min geschüttelt. Dann wird mit 5 ml Methylisobutylketon 2 min extrahiert. Die organische Schicht wird in einer Ar/H₂-Flamme versprüht. Die AFS-Ergebnisse werden mit analog gewonnenen Standardlösungen verglichen.

Anal. Chim. Acta **71**, 458-460 (1974). Chem. Dept., Imp. Coll. Sci. Technol., London (Großbritannien)

R. H. Sterzel

Determination of magnesium oxide in finely divided magnesium metal. T. A. Hiller and V. A. Stenger.

Best. von Magnesiumoxid in Magnesium; Volumetrie; Mg-Pulver.

It has long been known that magnesium metal and its common commercial alloys are inert toward aqueous solutions of chromic acid. However, the acid will dissolve magnesium oxide. One of the authors utilized this difference in behavior a number of years ago to determine magnesium oxide in magnesium millings or turnings, titrating the free acid remaining after treatment of the metal sample with a standard chromic acid solution. Recent results are given.

Anal. Chem. **46**, 2019-2022 (1974). Anal. Labs., Dow Chem. Comp., Midland, Mich. (USA)

D. c. polarographic determination of arsenic after separation by chloride extraction. H. Asaoka.

Best. von Arsen in Legierungen; Polarographie; Sb-, Pb-Basis.

The supporting electrolyte of potassium hydroxide has been investigated from a point of application to real samples, and an analytical procedure was provided for 0,1 - 0,8 per cent of arsenic in nonferrous metals such as tin, antimony, lead, and their alloys. Then, the method was applied to lead shot and results were in good agreement with the results obtained by the photometric method. The sample (0,5 g) is mixed with 0,1 g of copper and decomposed with 20 ml of aqua regia. The solution is evaporated. After adding 10 ml of hydrochloric acid, the solution is evaporated again. The deposited salts are dissolved into 20 ml of hydrochloric acid and 10 ml of perchloric acid. Addition and dissolution of a few pieces of solid stannous chloride are continued until a yellowish-

brown of the solution turns colorless. Having been added 2 ml of titanous trichloride solution prepared by dissolving 1 g of titanium metal in 100 ml of 6 N hydrochloric acid, arsenic(V) is completely reduced to arsenic(III). Arsenic is extracted twice by shaking for 2 min with 20 ml and then 5 ml of chloroform.

The extracted arsenic is backextracted into 25 ml of water from the combined chloroform phase. After the aqueous phase is gently boiled and evaporated, 5 ml of 2,5 N potassium hydroxide solution and 2,5 ml of 0,25 per cent gelatin solution is added and then is filled to 25 ml with water. The polarogram should be recorded immediately after removal of dissolved air.

Japan Analyst **23**, 1049-1053 (1974) (Japanisch, mit engl. Zus. fass.). Fac. Commerce, Hitotsubashi Univ., Naka, Kunitachi-shi, Tokio (Japan)

Spektralanalyse von hochreinem Wismut. L. L. Baranova, S. M. Solodovnik und I. M. Bloch.

Analyse von Wismut; Spektrometrie.

Es wurde eine direkte spektrale Bestimmung von Beimengungen (Cu, Ag, Mo, Ni, Co, Si, Pb, Sn, Cr, Au, Mn, Fe und Cd) in hochreinem Wismut ausgearbeitet. Man fand Bedingungen, unter welchen sich die Empfindlichkeit der Bestimmung der erwähnten Beimengungen im Bi auf 10⁻⁵ bis 10⁻⁶% im Vergleich mit den üblichen Methoden erhöht. Die Verbesserung der Methode beruht hauptsächlich auf Verwendung von Kohlenpulver bei der Vorbereitung der Probe, Anwendung eines Geräts mit größerer Auflösung und Platten mit größerem Kontrast. - Arbeitsweise. 100 mg der gut zerriebenen Probe werden mit 10 ml Kohlenpulver vermischt und das Gemisch in den unteren Krater der Kohlenelektrode (4 x 4 mm, Wanddicke 0,5 mm) gebracht; die obere Elektrode wird konusartig abgeschliffen. Zur Anregung benutzt man einen Gleichstrombogen (15 A). Gearbeitet wurde mit dem Diffraktionspektrographen DFS-8 mit einem Gitter (600 Striche pro mm); Photoplatten UFS-3, Spektralbereich 3000 Å (im Falle von Cd 2300 Å). Die Eichkurven wurden in Koordinaten lg I_L/I_F-lg C aufgestellt, wobei I_L und I_F die Intensitäten der zu bestimmenden Beimengungen bzw. des Untergrunds und C die Beimengungskonzentration sind.

Ž. Anal. Chim. **28**, 1417-1419 (1973) (Russisch, mit engl. Zus. fass.). Lomonosov Staatsuniv., Moskau (UdSSR)
F. Jančík

Spectrophotometric determination of sulfur in metals by the use of adsorption-desorption-reduction.

T. Sato and T. Kuroha.

Best. von Schwefel in Metallen; Spektralphotometrie; Adsorption-Desorption-Reduktion von SO₂.

An adsorption-desorption-reduction spectrophotometric method for the determination of sulfur in metals has been developed. Sulfur dioxide formed after combustion of the sample in oxygen atmosphere is adsorbed on silica gel under the room temperature and desorbed to free by heating, and hydrogenated over a quartz catalyst to hydrogen sulfide, which is determined by methylene blue method.

Japan Analyst 23, 1236-1239 (1974). (Japanisch, mit engl. Zus. fass.). Centr. Res. Lab., Furukawa Electric Co. Ltd., Futaba, Shinagawa-ku, Tokio (Japan)

Determination of micro-amount of aluminium by atomic absorption spectrometry with heated graphite atomizer; Application to analysis of steel. I. Atsuya and N. Sugiura.

Best. von Aluminium in Stahl; Spektralphotometrie, Atomabsorption.

The determination of a micro-amount of aluminium by means of atomic absorption spectrometry with the heated graphite atomizer (HGA) was carried out and applied to the determination of aluminium in steels. The optimum flowrate of argon was 50 l/h, the voltage impressed on HGA was 9,0 V. Under these conditions, the precision of the determination of aluminium was 3,8% for 0,2 µg as Al/ml. Coexistence of Cr, Cu, Mn, Ni, etc. did not interfere up to 10 times of aluminium, but that of Fe, Mo, Ti, Mg, Ca, etc. gave minus errors. Iron was separated by means of MIBK extraction, and aluminium was determined by use of the standard addition method. These results are in satisfactory agreement with the certificate value. The coefficient of variation was 5,6% for 0,009% of aluminium in the standard sample.

Japan Analyst 23, 1170-1176 (1974) (Japanisch, mit engl. Zus. fass.). Kitami Inst. Technol., Koen-cho, Kitami-shi, Hokkaido (Japan)

Automatic spectrophotometric analysis of silicon in steel. (study on automatic chemical analysis of steel. VI.) A. Ono, I. Taguchi and R. Matsumoto.

Best. von Silicium in Stahl; Spektralphotometrie; automat.

The spectrophotometric method based on the principle of forming silico-molybdenum blue was found to be suitable to automatic determination of silicon in steel by the analyzer. The optimum conditions in case of 50,00 ml of sample solution and 25,00 ml of beaker washings were: The concentration of hydrochloric acid: 0,64 N, the amount of ammonium molybdate solution (20%): 8,0 ml, hydrofluoric acid (15%): 8,0 ml and ferrous ammonium sulfate solution (30%): 9,0 ml. The reaction time at room temperature for forming silico-molybdenum yellow was about 2,5 min. The effects of less than 50 mg of nickel, chromium, cobalt, molybdenum, 1 mg of phosphorus and 0,5 mg of arsenic in the final solution were negligible in the present automatic analytical procedure in which the absorbance of silico-molybdenum blue was always corrected by the blank absorbance.

Japan Analyst 23, 1042-1049 (1974) (Japanisch, mit engl. Zus. fass.). Fund. Res. Lab., Nippon Steel Corp. Ida, Nakahara-ku, Kawasaki-shi, Kanagawa (Japan)

Untersuchung der Bedingungen der amperometrischen Titration von Molybdän mit Kaliumbenzylthiocarbaminat mit zwei polarisierten Elektroden. S. V. Galuško und Ju. I. Usatenko.

Best. von Molybdän in Stahl mit Benzylthiocarbaminat; Amperometrische Titration.

Bei pH 2,5 - 2 N H₂SO₄ bildet Mo(VI) mit Kaliumbenzylthiocarbaminat schwer lösliche Verbindungen im Molverhältnis Mo(VI):R = 1:2. Die amperometrische Titration wird mit zwei Pt-Elektroden ($\Delta E = 0,4 - 0,7$ V) oder mit zwei Graphit-Elektroden ($\Delta E = 0,25 - 0,5$ V) ausgeführt. In Anwesenheit von ÄDTA (0,5 - 1 g/25 ml) in 0,1 N H₂SO₄ oder HCl stören Ni²⁺, Co²⁺, Mn²⁺, Zn²⁺, V(IV), Cr³⁺, Fe(III) in 200fachem und W(VI) in 2fachem Überschuß nicht. Bei Citronensäure-Zusatz kann W(VI) bis zu 20fachem Überschuß anwesend sein. Cu²⁺ mit Mo(VI) bzw. Bi³⁺ mit Mo(VI) können nebeneinander bestimmt werden. Diese Methode ermöglicht eine direkte Mo-Bestimmung in Stahl ohne Abtrennung von Fe, mit einer rel. Standardabweichung von max. 4%.

Zavodsk. Lab. 40, 776-778 (1974) (Russisch). Chem. technol. Inst., Dnepropetrovsk (UdSSR) J. Senkýr

Successive photometric titration of manganese(VII), chromium(VI) and vanadium(V) in mixtures. S. Syam-sunder and T. K. S. Murthy.

Best. von Mangan(VII), Chrom(VI) und Vanadium(V) in Stahl; Photometrische Titration; in einer Lösung.

Zur aufeinanderfolgenden Bestimmung von Mn(VII), Cr(VI) und V(V) in einer Lösung durch photometrische Titration wird zunächst bei 620 nm in 0,5 M schwefelsaurer Lösung Mn(VII) mit Natriumnitrit titriert. Dann werden bei 760 nm im Gemisch aus 4 M Phosphorsäure und 1 M Schwefelsäure Cr(VI) und V(V) nacheinander mit Eisen(II)-ammoniumsulfat titrimetrisch erfaßt. Die Titrationsendpunkte werden graphisch durch Extrapolation ermittelt. Bei der Bestimmung in Stahl wird mit Silber(II)-oxid oxidiert. Für die Bestimmung in British Chemical Standard Steel No. 220/1 werden folgende Werte angegeben: 0,284 ± 0,005% Mn, 5,13 ± 0,02% Cr und 2,064 ± 0,009% V.

Anal. Chim. Acta 72, 323-330 (1974). Chem. Engng. Div., Bhabha Atomic Res. Ctr., Trombay, Bombay (Indien) K. Henning

Polarographische Bestimmung von Mikrobeimischungen in Nickel und seinen Legierungen. E. Ja. Nejman, G. M. Dolgopolova und A. A. Nemodruk.

Best. von Blei, Cadmium, Zink und Wismut in Nickel und Nickellegierungen; Voltammetrie, inverse.

Die inversvoltammetrische Bestimmung von Pb, Cd, Zn und Bi in Nickel und seinen Legierungen erfolgt nach ihrer Abtrennung durch einen Ionenaustauscher. - Arbeitsweise. 1 - 2 g Probe werden in 29 ml HNO₃ (1:1) aufgelöst, HNO₃ wird mit HCl vertrieben und der trockene Rest in 40 ml 2 N HCl aufgelöst. Diese Lösung wird in eine chromatographische Säule, die

mit dem Anionenaustauscherharz AV 17 gefüllt ist, gebracht und die Säule mit 2 N HCl bis zu völliger Ni-Freiheit gewaschen (2 ml/min). Pb, Cd und Zn werden mit 150 ml H₂O, Bi mit 200 ml 1 M H₂SO₄ eluiert. Das H₂O-Eluat wird bis zur Trockne eingedampft und der Rest in genau 50 ml 1 M KCl gelöst. Das H₂SO₄-Eluat wird auf 10 - 15 ml eingeeengt, mit 10 ml HCl (1, 19) versetzt und mit H₂O auf genau 50 ml aufgefüllt. Aus je 10 ml dieser Lösungen werden die Metalle an einer Hg-Filmelektrode oder an einer Graphitelektrode (mit Zusatz von 100 µg Hg(II) zur Lösung) kathodisch 2-5 min lang angereichert. Pb, Cd und Zn werden bei -1,3 V, Bi bei -0,4 V abgeschieden. Anschließend werden die anodischen Auflösungskurven registriert. Die rel. Standardabweichung bei einem Gehalt von 10⁻⁴% beträgt 6 - 15%.

Zavodsk. Lab. 40, 635-639 (1974) (Russisch). Staatl. Forsch.inst. Legierungen u. Bearbeitung v. Buntmetallen, Moskau (UdSSR) J. Šenkýř

The use of tiron in the microchemical analysis of minerals. W. J. French and S. J. Adams.

Analyse von Geolog. Material, Mineralien mit Tiron; Mikrochem. Analyse; Best. von Al, Fe, Ti, Na, K, Mg und Ca.

Es wird festgestellt, daß Komplexe zwischen Metallen und Tiron (Di-Na-Salz der 1,2-Dihydroxybenzol-3,5-disulfonsäure) für die Durchführung der mikrochemischen Analyse von Mineralien in Probenmengen um 1 mg geeignet sind. Der Aufschluß erfolgt mit HF/HClO₄. Nach Zugabe von Tiron-Lösg. und Acetapuffer werden Al, Fe und Ti photometrisch bestimmt. Im Rest der Lösg. werden Mg und Ca durch Atomabsorptionsmessung unter Verwendung einer Luft/C₂H₂-Flamme bestimmt. Für die Bestimmung von Na und K wird eine 500 mg-Probe mit HF im Autoklaven aufgeschlossen; die Lösg. wird flammenphotometrisch analysiert. Die Ergebnisse der Bestimmung einer Hornblende-Probe werden mit den nach einer klassischen Methode erhaltenen verglichen. Es ergab sich eine gute Übereinstimmung.

Analyst 99, 551-554 (1974). Geol. Dept., Queen Mary Coll., Univ., London (Großbritannien) B. Seifert

Vielelement-Analyse von Mineralien durch Neutronenaktivierungsanalyse und Röntgenfluoreszenz unter Verwendung von Halbleiterdetektoren. E. I. Zaitsev und Ju. P. Sotskov.

Best. von Elementen in Mineralien; Aktivierungsanalyse/Röntgenfluoreszenzspektrometrie.

Gesteinsproben von 300 - 400 mg werden 4 - 6 h mit einem Neutronenfluß von $1,2 \cdot 10^{13} \text{ n} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ bestrahlt (30 - 50 Proben zusammen mit 3-5 Standards). Man läßt 10-15 Tage abkühlen und analysiert die γ -Strahlung. So lassen sich 10⁻² bis 10⁻⁶% Na, Sc, Cr, Fe, Co, Rb, Sb, Cs, La, Sm, Eu, Tb, Yb, Hf, Ta, W, Au, Th und U bestimmen. Mit Röntgenfluoreszenz sind bestimmbar Ta, Sr, Zr, Y, Nb, ferner Rb, Sb, Cs, Sc, Ba, La und Ce. Es wurde dazu ein Si(Li)-Detektor verwendet.

J. Radioanal. Chem. 18, 31-44 (1973). Commissariat Energie Atom. Moskau (UdSSR) J. Rasch

Photometric determination of magnesium in igneous rocks with xylydyl blue (II). S. Yoshida, M. Yoshida and I. Iwasaki.

Best. von Magnesium in Geolog. Material; Spektralphotometrie; Eruptivgestein.

A rapid and sensitive method for the determination of magnesium in silicate rocks is proposed. Reproducibility of the photometric method is improved by using a pH 10.0 buffer solution (borax-sodium carbonate) on the color development. Iron, aluminium, titanium, and manganese are separated from magnesium as the hydroxides by adding sodium hydroxide solution. Calcium up to 50 µg can be masked as the sulfate. The procedure is as follows: A powdered sample (0.05~0.2 g) is decomposed with a hydrofluoric-sulfuric acid mixture and evaporated to fumes, then dissolved in hot water and made to 25 or 50 ml. An aliquot of the solution is neutralized by dropping 0.2 N sodium hydroxide solution followed by 0.02 N solution (indicator: β -nitrophenol), then is added one drop of 30% hydrogen peroxide. After dilution to about 10 ml, the solution is heated for a few minutes and centrifuged. A supernatant is transferred to a 50 ml volumetric flask. A precipitate is dissolved in a small amount of hydrochloric acid and then reprecipitated as above. The supernatant is combined into the volumetric flask. To an aliquot of the solution is added sodium sulfate solution so that the amount of sulfate in the solution may be 10 mg. The solution is diluted to 5 ml accurately and mixed with 15 ml of ethanolic solution of Xylydyl Blue (II) (25 mg/l) and with 0.5 ml of the buffer solution. The absorbance is measured at 505 nm against water.

Japan Analyst 23, 1232-1234 (1974) (Japanisch, mit engl. Zus.fass.). Dept. Chem. Fac. Sci., Toho Univ., Izumi-cho, Narashino-shi, Chiba (Japan)

Determination of aluminium in silicate rocks by 14-MeV neutron activation analysis. K. Huysmans, R. Gijbels and J. Hoste.

Best. von Aluminium in Silicatgestein; Aktivierungsanalyse, Neutronen; 14 MeV.

Zur Bestimmung von Al in Silicaten mittels Neutronenaktivierungsanalyse wird im Anschluß an die Aktivierung mit 14-MeV-Neutronen während 100 sec in einem Sames Type J Accelerator die ²⁷Mg-Aktivität bei 1,01 MeV ermittelt. Hierbei wurde ein Multikanalanalysator mit Bartošek-Totzeitstabilisator verwendet. Durch Vergleich mit Standardproben aus Aluminiumoxid und Siliciumdioxid wird die Störung von ³⁰Si(n, α) ²⁷Mg durch Messung der Aktivität bei 1,78 MeV eliminiert. Für einen Gehalt von 6-10% Al wird eine durchschnittliche Standardabweichung von 2,8% angegeben.

Anal. Chim. Acta 73, 61-72 (1974). Inst. Nucl. Sci., Rijksuniv., Gent (Belgien) K. Henning

Atomic absorption spectrometry of the lanthanides in minerals and ores. W. Ooghe and F. Verbeek.

Best. von Lanthaniden in Erzen und Mineralien; Spektralphotometrie, Atomabsorption.

Mittels Atomabsorption werden 12 Lanthanide und Yttrium in Bastnasit, Monazit und Gadolinit bestimmt. Hierbei werden sowohl die Standardadditionsmethode als auch eine Arbeitsweise unter Verwendung einer Standardvergleichsprobe mit analoger Zusammensetzung verwendet, letztere vor allem bei Routineanalysen. Eingesetzt wird eine 3%ige Probelösung in 80%igem Methanol, die mit Alkaliionen abgepuffert wurde.

Anal. Chim. Acta 73, 87-95 (1974). Lab. Anal. Chem., Univ., Gent (Belgien) K. Henning

Anion-exchange isolation of rare-earth elements from apatite minerals in methanol-nitric acid medium. I. Roelandts, G. Duyckaerts and A. O. Brunfelt.

Abtrenn. von Lanthaniden aus Apatit; Chromatographie, Ionenaustausch; Methanol/Salpetersäure-Medium.

Zur Erarbeitung eines extraktiven Trennverfahrens für Seltene Erden in Mineralien werden von Seltenerd-elementen sowie von Na, Mg, Al, K, Ca, Sc, Mn und Fe die Verteilungskoeffizienten an 100 - 200 mesh Dowex 1-X8(NO₃⁻) in methanol. Salpetersäure ermittelt. Aus einer Apatitprobe lassen sich Ca und andere, gewöhnlich vorhandene Elemente mit einer 5%-igen Lösung aus 7 M Salpetersäure in 95%igem Methanol eluieren. Dann erfolgt die Elution der schwereren Seltenerdelemente mit 45%iger Salpetersäure in 55%igem Methanol und anschließend werden mit Wasser La, Ce, Pr und Nd eluiert.

Anal. Chim. Acta 73, 141-148 (1974). Univ. Sart-Tilman, Liège (Belgien) K. Henning

Spektrographische Bestimmung von Seltenerden in Gesteinen der Erde und kosmischen Ursprungs mit vorangehender Konzentrierung aus kleinen Proben. N. V. Laktionova, A. V. Karjakin, V. A. Rjabuchin, N. S. Stroganova und L. V. Ageeva.

Best. von Samarium, Neodym und Dysprosium in Geolog. Material; Spektrometrie; Anreicherung.

Die Genauigkeit und Empfindlichkeit der spektralanalytischen Bestimmung von Seltenerden in Gesteinen wird durch Einsatz von Kohlenpulver als Puffermittel, CaO und Y₂O₃ als Kollektoren und NaCl als Träger erhöht. - Arbeitsweise. Die Probe (100-200 mg) wird mit Na₂CO₃ aufgeschlossen und mit HCl ausgelaugt. Aus dem HCl-Extrakt werden die Hydroxide ausgefällt und nach Waschen mit 20 ml 2 M NH₄Cl in 10-15 ml 4 M HCl gelöst. Es wird eingedampft, in 5 ml 0,1 N HCl gelöst und auf eine mit Ionenaustauscher KU-2 gefüllte Kolonne gegeben. Die Kolonne wird mit 4 N HCl eluiert. Nachdem die Aktivität von ⁹⁰Y angezeigt wird, wird das Eluat gesammelt und getrocknet und mit 1,0 mg Y₂O₃ versetzt. Dann werden 2 ml 0,1 N HCl und 0,5 ml gesätt. H₂C₂O₄ zugefügt, gefolgt von 5-7 Tr. NH₄OH (1:2). Die ausfallenden Oxalate werden abfiltriert und mit Puffer,

d. h. mit 20 mg Kohlenpulver in 1% NaCl versetzt, wonach die Spektralanalyse erfolgt. Mit dieser Methode können 10⁻⁵ - 10⁻⁶% Sm und 10⁻⁴% Nd und Dy bestimmt werden.

Ž. Anal. Chem. 29, 1549-1553 (1974) (Russisch, mit engl. Zus.fass.). Wernadski-Inst. Geochem.-Anal. Chem., Akad. Wiss. Moskau (UdSSR) J. Eliassaf

The use of flame procedures in metallurgical analysis. Part I. Determination of silicon in sulphide and silicate minerals. R. J. Guest and D. R. Macpherson.

Best. von Silicium in Mineralien; Spektralphotometrie, Atomabsorption; Aufschluß für Sulfid- und Silicatminerale.

Ein schnelles AAS-Verfahren zur Bestimmung von Silicium in typischen Sulfid- und Silicat-Mineralien und Mischungen davon, wie in Erzen oder Schlacken, wird beschrieben. Zwei Aufschlußverfahren haben sich für die anschließende AAS-Analyse besonders bewährt. 1.) Der Aufschluß mit Königswasser und HF in einem Teflonautoklav bei 140°C und 2.) die Schmelze mit Natriumperoxid. Genaue Parameter für die AAS-Analyse werden angegeben. Einfluß von Salzgehalt der Lösung und Verunreinigungen der Probelösung auf die Genauigkeit der Analyseergebnisse wird diskutiert.

Anal. Chim. Acta 71, 233-253 (1974). Chem. Anal. Section, Extraction Metall. Div., Dept. Energy, Mines Resources, Ottawa, Ontario (Kanada) R. H. Sterzel

Ion-exchange separation and spectrophotometric determination of zirconium, thorium and uranium in silicate rocks with arsenazo III. T. Kiriya and R. Kuroda.

Best. von Zirkonium, Thorium und Uran in Silicatgestein mit Arsenazo III; Chromatographie, Ionenaustausch/Spektralphotometrie.

Nach der Zersetzung der Probe mit einer Mischung aus HClO₄ + HF werden die drei Metalle mit Fe(III) und Al(OH)₃ gefällt und dann auf einer Dowex-1-Säule durch Anionenaustausch aus einer verdünnt schwefelsauren Lösung, die H₂O₂ enthält, adsorbiert. Das adsorbierte Th, Zr, und U wird durch Elution mit saurer Ammoniumsulfatlösung, HCl bzw. HClO₄ getrennt. Die Sorption aus sulfathaltigem Medium mit anschließender Elution gestattet eine selektive Trennung der drei Elemente, so daß sie anschließend direkt mit Arsenazo III spektrophotometrisch bestimmt werden können. Das Verfahren wird auf Standard-silicatgesteine angewandt.

Anal. Chim. Acta 71, 375-381 (1974). Lab. Chem., Fac. Education, Kagoshima Univ., Kagoshima (Japan) R. H. Sterzel

Formation of atoms in carbon furnace atomisers in atomic-adsorption spectrometry. W. C. Campbell and J. M. Ottaway.

Best. von Blei in Geolog. Material; Spektralphotometrie, Atomabsorption; Theorie zur Atomisierung im Graphitrohr.

Die Gültigkeit der Reaktion $MO(s) + C(s) \rightarrow CO(g) + M(g)$ wurde durch Berechnung der Temperaturen, bei welcher sie thermodynamisch möglich wäre, für 27 Elemente getestet. Mit diesen Berechnungen war es möglich, die Temperaturen vorauszubestimmen, bei denen eine größere Anzahl von Metallatomen im Graphitrohrchen gebildet werden kann. Die Vorausberechnungen stimmten für 22 Elemente im wesentlichen mit den gemessenen Temperaturen überein. Für die übrigen 5 Elemente müssen andere Reaktionsmechanismen gesucht werden. Für die Atomisierung im Graphitrohr ist eine Oxidmatrix am zweckmäßigsten. Als Beispiel wird die Bestimmung von 1-100 ppm Pb in Carbonatgestein angeführt. Bei 3,15 ppm Pb beträgt der Variationskoeffizient 6%. Die Nachweisgrenze liegt bei 0,4 ppm Pb im Gestein.

Proc. Soc. Anal. Chem., 11, 161-162 (1974). Dept. Pure Appl. Chem., Univ. Strathclyde, Glasgow (Großbritannien) G. Hipler

Spectrographic determination of silicon and iron in chromites. H. Právčeva, A. Delijska and C. Color.

Best. von Silicium und Eisen in Chromiten, Chromerzen; Spektrometrie.

A spectrographic method for determining silicon and iron in chromium ore, concentrate and wastes is developed. The sample is introduced in the discharge in the form of a rotating briquette. A high voltage spark is applied to the briquette. The equipment and operating conditions are described. The influence of sample composition on the line intensity of silicon and iron is established using statistical methods of planning the experiment. Conditions for the elimination of this influence are found. The method is applied to the analysis of 6 samples. The results are compared with those of chemical methods of analysis. The standard deviations of the method are presented in a table. The method has many advantages in routine analyses.

Metalurgija 1974, No 2/3, 16-19. Übernommen von Abstr. Bulg. Sci. Lit.

Atomic-absorption spectrometric determination of cadmium, lead and zinc in salts or salt solutions by hanging mercury drop electrode deposition and atomization in a graphite furnace. F. O. Jensen, J. Dolezal and F. J. Langmyhr.

Best. von Cadmium, Blei und Zink in Salzen; Spektralphotometrie, Atomabsorption; nach Elektroanreicherung am Hg-Tropfen.

Zur Spurenbestimmung von Cd, Pb und Zn in Salzen der Salzlösungen wird zunächst am hängenden Quecksilbertropfen eine elektrolytische Anreicherung (11

min mit 1 V für Cd und Pb und 4 min mit 1,3 V für Zn) durchgeführt. Anschließend wird der Quecksilbertropfen in ein Graphitschiffchen gegeben, alles Hg bei 440°C während 3 min verflüchtigt und die weitere Bestimmung durch Atomabsorption bei 228,8, 217,0 bzw. 213,8 nm zu Ende ausgeführt. Nachgewiesen werden bis zu 1,6, 2,5 bzw. $9,5 \times 10^{-5}$ Cd, Pb bzw. Zn.

Anal. Chim. Acta 72, 245-250 (1974). Dept. Chem., Univ., Oslo (Norwegen) K. Henning

A carrier distillation method for estimation of boron in CaF_2 . S. V. Grampurchit and V. S. Dixit.

Best. von Bor in Calciumfluorid; Spektrographie, Emission; Trägerdestillation.

Zur Bestimmung von Bor in Calciumfluorid wurde ein Trägerdestillationsverfahren ausgearbeitet. Die Probe wird mit 5% Kupferoxidfluorid, $CuOF$, das 200 ppm Gallium als Ga_2O_3 enthält, versetzt. 50 mg dieses Gemischs werden in einer 45 sec mit 15 A vorgefunkteten U. C. C. 1990-Elektrode im Gleichstrombogen (15 A, 3 mm, 30 sec) abgefunkt. Die Spektren werden zwischen 2200 - 2850 Å aufgenommen (Gerät: Hilger Large Quartz E. 492), Analyselinie für Bor 2497,7 Å, für Gallium (interner Standard) 2500,7 Å. Untere Nachweisgrenze für Bor: 0,1 ppm. Genauigkeit $\pm 12\%$.

Anal. Letters 7, 293-298 (1974). Spectrosc. Div., Bhabha Atom. Res. Centre, Trombay, Bombay (Indien) W. Czysz

Extraktions-photometrische Bestimmung von Bor in hochreinen, in epitaxialer Technologie benutzten Materialien. E. S. Beskova und G. I. Zuravlev.

Best. von Bor in Phosphorpentoxid und Säuren; Spektralphotometrie; nach Extraktion.

Man untersuchte die Bedingungen der extraktionsphotometrischen Bestimmung des Bors in Materialien, die man in der Epitaxie-Technologie (P_2O_5 , PCl_5 , Phosphor-Calciumglas, $AsCl_3$ und Mineralsäuren wie z. B. H_2F_2 , HCl und HNO_3) benutzt. Dazu bewährte sich die Methode, die auf der Extraktion des Bors in Form des Assoziationskomplexes von Tetrafluorborat mit Methylenblau mit Dichloräthan beruht. Die Genauigkeit der Bestimmung mittels der angegebenen Methode beträgt 5-10% bei einer Empfindlichkeit von 10^{-5} bis $n \cdot 10^{-6}$ B. - Arbeitsweise. B-Bestimmung in P_2O_5 . 1 g Probe in einem Quarz-Becherglas wird in einen Exsikkator mit Wasser gebracht; danach wird die Probe mit 10 ml Wasser in ein 100 ml-Polyäthylengefäß übergeführt, Ammoniak (pH 2), 0,5 ml verd. H_2SO_4 (1:1) und 5 ml 5% H_2F_2 zugesetzt, das Gefäß mit einem Deckel bedeckt und bis zum nächsten Tage stehen gelassen. Man gibt nun 20 ml Wasser, 2,0 ml einer 0,002 M Methylenblau-Lösung und 15 ml Dichloräthan zu, rührt die Lösung 5 sec und zentrifugiert 5 min bei 4000 - 6000 U/min. Die wäßrige Phase wird mittels einer Quarzpipette abgetrennt, die organische mit 10 ml Wasser durchgeschüttelt, das Gemisch wieder zentrifugiert, die klare organisch

Schicht abgetrennt und ihre Absorption bei 655 nm in 1 cm-Küvetten gegen Dichloräthan gemessen. Alle benutzten Reagentien müssen auf den B-Gehalt geprüft werden. Die Auswertung erfolgt anhand einer Eichkurve bzw. nach der Korrektur auf den Blindversuch. - Bestimmung in Mineralsäuren. 10-50 ml der zu analysierenden Säure werden in einem 50-100 ml-Quarz-Becherglas (H_2F_2 in einem Teflon-Becherglas) mit 30 ml Wasser und 1 ml 1%iger Mannit-Lösung versetzt und die Lösung in einem Teflon-Gefäß fast zur Trockne verdampft. Die weitere Bestimmung verläuft wie oben beschrieben.

Ž. Anal. Chim. 28, 1411-1413 (1973) (Russisch, mit engl. Zus.fass.) F. Jančík

Komplexometrische Bestimmung von Gallium neben Indium in Anwesenheit von Wolfram. K. G. Ščerbina, M. V. Mochosov und A. I. Gruba.

Best. von Gallium und Indium in Wolframaten; Komplexometrie.

Es wurde eine komplexometrische Bestimmung von Ga und In in Ga- und In-Wolframaten ausgearbeitet. W wird dabei mit Weinsäure maskiert. Die beschriebene Bestimmung ist dreimal genauer als die, bei der W durch Fällung abgetrennt wird; auch die Analysendauer ist etwa 15 mal kürzer. - Arbeitsweise. 0,25 g Ga- bzw. In-Wolframat werden in 10 ml einer 20%-igen Weinsäure-Lösung mit Wasser auf 100 ml ergänzt. 25 ml dieser Lösung werden mit einem Überschuß (3-5 ml) 0,05 M ÄDTA-Lösung versetzt, die Lösung wird mit NaOH bzw. HCl gegen Phenolphthalein genau neutralisiert, mit 30 ml Acetatpufferlösung (pH 5,2 - 5,8) versetzt, 2-3 min gekocht, abgekühlt und der Überschuß an ÄDTA mit einer 0,025 M ZnCl_2 -Lösung gegen Xylenolorange zurücktitriert. Analysendauer 30-45 min. Der Bestimmungsfehler beträgt 0,51 - 0,87%.

Ž. Anal. Chim. 28, 1416-1417 (1973) (Russisch, mit engl. Zus.fass.). Staatsuniv. Ukr. SSR, Donetsk (UdSSR) F. Jančík

Spektrographische Methode zur Bestimmung von Wolfram- und Molybdän-Beimengungen im Ammoniumperrenat. N. Tarasevič, A. D. Chlystova und E. I. Suvalova.

Best. von Wolfram und Molybdän in Ammoniumperrenat; Spektrometrie.

Die optimalen Bedingungen der spektralen Bestimmung von $5 \cdot 10^{-3}\%$ W bzw. $5 \cdot 10^{-4}\%$ Mo im Ammoniumperrenat wurden ermittelt: Spaltbreite 0,019 mm, Intensität des Gleichstrombogens 5 A, Expositionsdauer 25 sec, Tiefe des Kraters 1 mm. Gearbeitet wurde mit einem Diffraktionsspektrographen DFS-13 mit einem Gitter (600 Striche pro mm) mit Kohlenelektroden; spektrale Linien: W 4008,75 und Mo 3170,35 und 4232,59 Å.

Ž. Anal. Chim. 28, 1419-1422 (1973) (Russisch, mit engl. Zus.fass.). Lomonosov' Staatsuniv., Moskau (UdSSR) F. Jančík

Analyse dünner Schichten chalkogener Gläser durch elastische Protonenstreuung und Messung der schnellen Gammastrahlung. M. Cohen, L. Porte, J.-P. Thomas und J. Tousset.

Best. von Germanium, Arsen, Tellur und Schwefel in Glas; γ -Spektrometrie; schnelle γ -Strahlung.

Durch Bestrahlung dünner Schichten mit 10-500 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ Dicke aus Ge, As, Te und S mit Protonen mit Energien unter 4 MeV ist durch Messung der schnellen Gammastrahlen eine zerstörungsfreie Analyse mit geringem Zeitaufwand möglich. Der systematische Fehler liegt unter 3%, die normalen Grenzen der Bestimmung liegen bei 0,1 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ S, 0,2 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ Te, 2 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ As und 5 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ Ge. Sind benachbarte Massenlinien nicht vorhanden, so erniedrigen sich die Werte auf 0,05, 0,01, 0,4 und 1 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$. Es können Bereiche von weniger als einem mm^2 analysiert werden.

J. Radioanal. Chem. 17, 65-77 (1973). Inst. Phys. Nucléaire, Univ. Claude Bernard de Lyon, Villeurbanne (Frankreich) J. Rasch

Application of ion-selective electrodes to the analysis of silverplating baths. L. N. Lapatnick.

Best. von Silber und Cyanid in Galvan. Bädern; Elektroden, ionenselektive.

Zur volumetrischen Bestimmung von Silber und Cyanid in Beschichtungsbädern wird in 0,25 M Natronlauge unter Verwendung ionenselektiver Elektroden titriert. Benutzt werden die Elektroden der Fa. Orion Typ 94-16 (Silbersulfid) und 94-06 A (Cyanid) in Kombination mit den Referenzelektroden Typ 90-02 bzw. 90-01.

Anal. Chim. Acta 72, 430-433 (1974). General Electric Co., Insulation Systems Lab. Operation, Philadelphia, Pa. (USA) K. Henning

Chromatography in the petroleum industry. D. L. Camin and A. J. Raymond.

Analyse von Erdölprodukten; Chromatographie, Gas; Übersicht.

Nach einem Überblick über die Verwendung von chromatographischen Methoden sowie ASTM-Standards in der Petroleum-Industrie werden allgemein verwendete typische chromatographische Methoden besprochen. Gasoline z. B. werden fraktioniert destilliert. Die 10-60°C-Fractionen werden sofort, die 60-132°C-Fractionen nach weiterer Reinigung und Fraktionierung (durch Säurebehandlung bzw. UOP-FIA) mittels Capillar-Gas-Chromatographie analysiert; die gesättigten Fractionen auf einer Squalan-Säule, z. B. nach A. J. Raymond und T. J. Prebula (Gas-Chrom. Analysis of Mono-Olefins Through C_7 , 22nd Pittsburgh Conf. Anal. Chem. Applied Spectr., Cleveland, 1971), die aromatischen und höher siedenden Fractionen z. B. an einer mit Ucon Oil LB-550 X gefüllten Säule. Gute Auftrennung und strukturelle Forschungen können durch Gelpermeations-Chromatographie erreicht werden.

J. Chromatog. Sci., 11, 625-638 (1973). Sun Res. and Developm. Comp., Marcus Hook, Pa. (USA)
K. Jeney

Solvent membrane separation of benzene and cyclohexane. F. P. Mc Candless, D. P. Alzheimer and R. B. Hartman.

Trenn. von Benzol und Cyclohexan; an einer Vinylidenfluoridmembran.

Die Trennung von Benzol und Cyclohexan durch Dampfdurchlässigkeit wurde mit einem Lösungsmittelmodifizierten Vinylidenfluoridfilm untersucht. Die Durchlaßzelle, die App. für die Durchlaßmessung, die Membranherstellung und die Testmethoden fanden in der von F. P. Mc Candless (Ind. Eng. Chem., Process Res. Develop 12, 354 (1973)) beschriebenen Weise Anwendung, mit der Ausnahme, daß zur Gießlösung für die Membranherstellung kein Weichmacher verwendet wurde. Der p an der Zuflußseite betrug 1 at, an der Abflußseite 10 mm Hg. Der Gehalt der Lösungen an der Zuflußseite sowie des Permeats wurde an 10% Carbowax 20-M auf Chromosorb P mit 4% KOH bestimmt. Die Zugabe von bis zu 10% DMF oder DMSO zum Kohlenwasserstoffzufluß ergibt einen recht hohen Kohlenwasserstofffluß mit einer guten Selektivität für Benzol. Ohne Lösungsmittel ist der Vinylidenfluoridfilm sehr undurchlässig. Der Film wird mit einem Sulfon-plastifizierten Vinylidenfluoridfilm von Mc Candless verglichen. Es zeigten sich hierbei häufig Übereinstimmungen aber auch interessante Unterschiede. Das geschilderte Lösungsmittelmembransystem ist möglicherweise der Flüssigflüssig-Extraktion überlegen, da man nur geringe Mengen an Extraktionsmittel benötigt.

Ind. Eng. Chem. Process Des. Develop. 13, 310-312 (1974). Dept. Chem. Engng. Montana State Univ., Bozeman, Montana (USA) G. Böck

Analytical applications of hexafluoroacetone and fluorine-19 nuclear magnetic resonance - A. Technique for simultaneous quantitation of water and hydroxyls with characterization of latter. F. F. -L. Ho and R. R. Kohler.

Best. von Wasser in Lösungsmitteln; Spektrometrie, KMR; mit ^{19}F .

Bei der stets aktuellen Bestimmung von Wasser erwies sich die magnetische Protonenresonanz (PMR) als nicht besonders erfolgreich. Die Hydroxyl-Protonen der Wassermoleküle sind labil, in verschiedene Arten der Wasserstoffbindung und in chemische Austauschreaktionen mit sämtlichen Protonenarten der Probe verwickelt. Dies führt zu einer Verschiebung der Spektrallinien und gegebenenfalls zu spektraler Überschneidung mit anderen Protonensignalen. Das ^{19}F NMR (FMR)-Verfahren verspricht dagegen universelle Einsatzmöglichkeit, bietet höhere Empfindlichkeit, weniger Störungen und, was noch wichtiger ist, die Möglichkeit der gleichzeitigen Bestimmung von Wasser neben Alkoholen und anderen Arten von Protonen mit Charakterisierung der letzteren, z. B. als Alkohole, Amine usw. Das Verfahren

beruht auf der Fähigkeit von Hexafluoroaceton (HFA), Addukte mit Protonenbestandteilen zu bilden. Für Wasser wird die Bildungsenthalpie bei 25°C mit $-22,4$ Kcal/Mol ermittelt.

Anal. Chem. 46, 1302-1304 (1974). Res. Center, Hercules Inc., Wilmington, Del. (USA) G. Preis

Bestimmung des Tri- und Tetrachloräthylengehaltes in wäßrigen Lösungen mit Hilfe der Pyrolyse. E. Zawadzka.

Best. von Trichloräthylen, Tetrachloräthylen in wäßrigen Lösungen; Pyrolyseverfahren.

Die Untersuchungen über Erarbeitung einer direkten Methode der Bestimmung von Tri- und Tetrachloräthylen in wäßrigen Lösungen werden besprochen. Ein Verfahren thermischer Zersetzung der Chlorkohlenwasserstoffe bei hohen Temperaturen mit Einsatz von Platinkatalysator (Pyrolyseprozeß) wird ausgenutzt. Die Untersuchungen werden mit Hilfe einer dazu speziell konstruierten Apparatur durchgeführt. Die optimalen Bedingungen zur Durchführung des Pyrolyseprozesses wurden bearbeitet.

Przeegl. Wtók. 28, 204-206 (1974) (Poln.) (Polen)
S ind Z 320/ZZ 645 TIB

Die chromatographische Analyse von Produkten der Acetonkondensation. M. Oktawiec und A. Przybysz.

Analyse von Produkten der Acetonkondensation; Chromatographie, Gas.

Der Verlauf von Versuchen mit einem chromatographischen Verfahren zur Bestimmung von Produkten der Acetonkondensation, besonders von Diacetonalkohol, Isomethylalkohol, Mesityl- und Acetonoxid, wird beschrieben. Die genannten Produkte werden in der NE-Metallindustrie als Flotationsreagentien eingesetzt. Die Trennungsbedingungen, Kolonnenfüllungen, apparativen Einrichtungen und die Methoden der qualitativen und quantitativen Auswertung der Resultate werden beschrieben. Es werden Ergebnisse chromatographischer Analysen von Mischgasmustern angeführt und die Genauigkeit und Anwendbarkeit dieser Methode erörtert.

Prace Inst. Met. Niezelaz. 3, 125 (1974) ZZ 4386 (Poln.) (Polen) TIB

Gel chromatography of melamine-formaldehyde resins. (Gel chromatography of amino resins. I.) M. Tsuge, T. Miyabayashi and S. Tanaka.

Best. der Molekulargewichtsverteilung von Melamin-Formaldehydharzen; Chromatographie, Gel.

The determination of the apparent number and weight average molecular weights (M_n and M_w) and molecular weight distributions of melamine-formaldehyde resins (MFR) was studied by gel chromatography. Samples studied were analyzed in an open column gravity feed system by gel chromatography. The operating parameters were as follows: solvent, dimethylformamide; temperature, $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$; gel,

Sephadex LH-20; Column, 80 cm; detector, Differential Refractometer; sample concentration, about 80 mg/2 ml; flow rate, 1 ml/min. The separation of isomers of mononuclear methylol melamines in MFR was considerably successful. The mechanism of MFR separation is attributed to the molecular sieving and absorption effects of Sephadex LH-20.

Japan Analyst 23, 1141-1145 (1974) (Japanisch, mit engl. Zus. fass.). Sumitomo Bakelite Co., Akibacho, Totsuka-ku, Yokohama-shi, Kanagawa (Japan)

Gel chromatography of urea-formaldehyde resins.
(Gel chromatography of amino resins. II.) M. Tsuge, T. Miyabayashi and S. Tanaka.

Best. der Molekulargewichtsverteilung von Harnstoff-Formaldehydharzen; Chromatographie, Gel.

The determination of the apparent number and weight average molecular weights (M_n and M_w) and the molecular weight distributions of urea-formaldehyde resins (UFR) was studied by gel chromatography. Samples studied were analyzed in an open column by descending gel chromatography. The operating parameters were as follows: solvent, dimethylformamide; temperature, $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$; gel, Sephadex LH-20; column, 80 cm; detector, Differential Refractometer; flow rate, 1 ml/min; sample concentration, about 50 mg/2 ml. It was found that the M_n of commercial UFR adhesives ranged from 250 to 500 and the molecular weight distribution was broader than that of melamine- and phenol-formaldehyde resins.

Japan Analyst 23, 1146-1150 (1974) (Japanisch, mit engl. Zus. fass.). Centr. Res. Lab., Sumitomo Bakelite Co., Akiba-cho, Totsuka-ku, Yokohama-shi, Kanagawa; Fac. Engin. Univ. Tokyo, Hongo, Bunkyo-ku, Tokyo (Japan)

Bestimmung des Gehalts an "trans"-Komponenten in Polyäthylenterephthalat-Granulat "TEROM". E. D. Berari, E. Dinulescu und L. Chirică.

Best. der Rotationsisomere von Polyäthylenterephthalat; Spektralphotometrie, IR.

Die Bestimmung der Rotationsisomere des Polyäthylenterephthalats, die durch "trans"- und "cis"-Konformation gekennzeichnet sind, kann mit Hilfe der Absorptionsspektroskopie im Infrarot durch Messen der Absorptionsintensität bei 975 cm^{-1} , bzw. 1044 cm^{-1} durchgeführt werden. Zwischen dem spezifischen Volumen der Probekörper und der "trans"-Komponente besteht eine enge Korrelation, die zur Bestimmung der kristallinen Fraktion dienen kann. Das spezifische Volumen der perfekt kristallinen und perfekt amorphen Fraktion wird durch Extrapolation ermittelt.

Mat. Plastice 11, 357 (1974) (Rum.) (Rumänien)
S cet Z 525/ZZ 1915 TIB

Laser pyrolysis-gas chromatographic-mass spectrometric analysis of polymeric materials. C. Merritt jr., R. E. Sacher and B. A. Petersen.

Best. des Alterungsgrades von Kunststoffen; Laserpyrolyse/Chromatographie, Gas/Massenspektrometrie; Witterungseinflüsse.

Eine kombinierte Technik aus Laser Pyrolyse-Gas-Chromatographie/Massenspektrometrie wird zur Bestimmung des Verschlechterungsgrades von Glasfaser/Epoxy-Materialien durch Witterungseinflüsse eingesetzt. Die Menge der entstandenen flüchtigen Stoffe wird der Länge der Zeit der Witterungseinflüsse zugeordnet und bietet ein zuverlässigeres Kriterium als physikalische Testmethoden.

J. Chromatog. 99, 301-308 (1974). Pioneering Res. Lab., U. S. Army Natick Lab., Natick, Mass.; U. S. Army Materials Mech. Res. Center, Watertown, Mass. (USA) R. H. Sterzel

Chemische Bestimmungsmethode für Gemische von Methanol, Äthanol und n-Butanol. R. Truhaut und W. Stanilewicz.

Best. von Methanol, Äthanol und n-Butanol in Farben und Lacken; nebeneinander.

Als Lösungsmittelbestandteile von Farben und Lacken dienen häufig Gemische von Methanol, Äthanol und n-Butanol. Diese lassen sich folgendermaßen quantitativ bestimmen: 1. Selektive Oxidation von Methanol zu Formaldehyd und colorimetrische Bestimmung nach konventioneller Art. 2. Acetylierung des genau gewogenen Gemisches und Messung des nicht-umgesetzten Anteils an Acetanhydrid. Aus den beiden Zahlen kann die Zusammensetzung des Gemisches errechnet werden. - Die Bedingungen der Acetylierung der drei Alkohole, die Hydrolyse des nicht umgesetzten Überschusses an Acetanhydrid, sowie dessen titrimetrische Bestimmung wird überprüft und optimiert. 10 Messungen ternärer Gemische verschiedener Zusammensetzung zeigen eine Standardabweichung von 9,35%.

Ann. Fals. Exp. Chim. 67, 425-442 (1974). Lab. Toxicol. et Hyg. Industr., UER, Mécanismes d'action des médicaments et des toxiques, Paris (Frankreich) B. R. Glutz

Gas chromatographic analysis of DDT-type compounds. M. B. Abou-Donia.

Trenn. und Best. von DDT-Derivaten; Chromatographie, Gas; 25 Substanzen.

25 Verbindungen vom DDT-Typ, von denen einige als DDT-Abbauprodukte in biologischen und nicht-biologischen Systemen angetroffen werden, wurden gas-chromatographisch analysiert. In vier $180 \times 0,65\text{ cm}$ -Glassäulen eines Varian Aerograph 2100 mit ECD (Tritiumquelle) mit 5% QF-1, 5% Igepal, 5% Versamid 900 bzw. 5% DC-11 auf Chromosorb W, 80-100 mesh, wurden bei Temperaturen von 190°C (Säule), 210°C (Detektor) und 230°C (Einspritzblock) und einem N_2 -Strom von 35 ml/min auf allen Säulen gute Tren-

nungen erhalten. Rel. Retentionszeiten und quant. Detektorwerte (Flächeneinheiten in $\text{mm}^2/\mu\text{g}$ der Substanz) für alle 25 Verbindungen an den vier Säulen sind in Tabellen aufgeführt. Polare Verbindungen (DBH, DDOH, Dicofol und DDA) wurden vorher silyliert. Die TMS-Derivate ergaben an der QF-1-Säule und an einer gemischten Säule mit je 2,5% QF-1 und SE-30 die besten Trennungen.

Anal. Letters **7**, 313-325 (1974). Dept. Physiol. Pharmacol., Duke Univ. Med. Center, Durham, N.C. (USA) W. Czysz

oo

3. Pharmazeutische Produkte

Differentiating nonaqueous titration of mixtures containing acetaminophen and salicylamide. M.I. Blake and L. B. Shumaker.

Best. von Phenacetin und Salicylamid in Pharmazeut. Produkten; Volumetrie; in DMF.

Phenacetin und Salicylamid werden durch Titration in nichtwässrigem Medium bestimmt. Mit dieser Methode werden die einzelnen Substanzen und komplexen Mischungen untersucht. Exp.: 75 - 150 mg Probe werden in 50 ml DMF gelöst und potentiometrisch (Kalomel-Elektrode, Fisher-Titrator) mit 0,1 N Tetrabutylammoniumhydroxid titriert. Die pK_a -Werte von Phenacetin (8,31) und Salicylamid (9,92) unterscheiden sich ausreichend für eine gemeinsame Titration. Die Methode wird an galenischen Präparaten mit beiden Verbindungen erprobt; die Standardabweichung der Werte liegt maximal bei $\pm 2,6\%$.

J. Assoc. Offic. Anal. Chemists **56**, 653-655 (1973). Dept. Pharm., Univ. of Illinois Med. Center, Chicago, Ill. (USA) E. H. Reimerdes

Polarographische Bestimmung von Indometacin. G. Kazemifard und L. Holleck.

Best. von Indometacin in Pharmazeut. Produkten; Polarographie.

Die Bestimmung des Indometacins in galenischen Präparaten auf polarographischem Wege wird beschrieben. Die polarographisch aktive Ketogruppe wird an der Hg-Tropfelektrode in einer 2-elektronischen Stufe reduziert. Das Halbstufenpotential ist pH-abhängig. Die Messung erfolgt in methanolischer Lösung mit LiCl als Leitsalz. Die mittlere Abweichung der Bestimmung liegt für Kapseln zwischen 0,9 und 2%. Die Vorschriften zur Handhabung der Proben (Kapseln, Suppositorien, Suspensionen) werden angegeben und die Ergebnisse von Mehrfachbestimmungen mitgeteilt.

Arch. Pharmaz., **218**, 664-671 (1973). Chem. Inst., Hochschule Bamberg E. H. Reimerdes

Spectrophotometric determination of piperazine in pharmaceutical preparations. T. R. Baggi, S. N. Mahajan, and G. R. Rao.

Best. von Piperazin in Pharmazeut. Produkten; Spektralphotometrie.

A solution of piperazine or its salts is heated with 2,6-dichloroquinonechlorimide, and the color produced is measured at 525 nm to obtain the concentration of piperazine. The color developed obeys Beer's law in the concentration range of 6,4 - 51,2 μg piperazine/ml. The results of the proposed method agree with those of the official methods within $\pm 1,0\%$ for piperazine and its salts and $\pm 2,0\%$ for formulations. The method is rapid and precise and gives reproducible results. It is suitable for the analytical control of piperazine or its salts and their formulations.

J. Assoc. Offic. Anal. Chemists **57**, 1144-1146 (1974). Qual. Contr. Lab. Indian Drugs Pharm. Ltd., Hyderabad (Indien)

Oxidation procedures in the assay of some drugs containing a diphenylmethylen ether or diphenylmethyleamino group. B. Caddy, F. Fish and J. Tranter.

Best. von Pharmazeut. Produkten vom Typ Diphenylmethylenätherverbindungen, Diphenylmethylenaminoverbindungen; Oxidativer Abbau; zu Benzophenon.

Zur empfindlicheren Bestimmung organischer Verbindungen wird oft der oxidative Abbau dieser Verbindungen zusammen mit der Analyse der Abbauprodukte durchgeführt. Am Beispiel von Arzneimitteln mit Diphenylmethylenäther- und Diphenylmethylenamino-Gruppen, die beim oxidativen Abbau Benzophenone liefern, werden zwei Oxidationsverfahren untersucht; Oxidation mit saurer Dichromat- oder alkalischer Permanganat-Lösung. Für die erste Verbindungsgruppe wird die Oxidation mit $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ empfohlen, während für die zweite Gruppe die MnO_4^- -Oxidation die besten Ergebnisse liefert. Im allgemeinen ergibt die Oxidation mit $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ eine höhere Benzophenon-Ausbeute. Reaktionsmechanismen für den Abbau werden diskutiert.

Analyst **99**, 555-564 (1974). Div. Pharmacogn. Forensic Sci., School of Pharm. Sci., Univ. of Strathclyde, Glasgow (Großbritannien) B. Seifert

NMR analysis of pharmaceuticals X: determination of methsuximide and phensuximide in capsules.

J. W. Turczan and B. A. Goldwitz.

Best. von Methsuximid und Phensuximid in Pharmazeut. Produkten; Spektrometrie, KMR.

Die quantitative Bestimmung der antiepileptischen Verbindungen Methyl-Phenylsuccinimid und Dimethyl-Phenylsuccinimid wird mit der NMR-Analyse durchgeführt. Das Verfahren hat den Vorteil großer Genauigkeit und das NMR-Spektrum ist gleichzeitig eine eindeutige Identifikation der Verbindungen. Exp.: Die Substanzen werden in CCl_4 (+ CH_2Cl_2) gelöst und mit