

Tabelle 3. Extraktions-Flammenatomabsorptionsbestimmung von Chrom in Salzen. $N = 5$; $t(P = 95\%, f = 4) = 2,78$

Salz	gegeben (μg)	ge- funden \bar{X} , μg	S	RSD (%)	t_{exp}
KI	1 Cr(III)	1,02	0,03	2,9	1,49
NH ₄ I	2 Cr(III)	2,00	0,04	2,0	0
BaCl ₂	0,1 Cr(III)	0,102	0,007	6,9	0,64
CaCl ₂	0,5 Cr(III)	0,50	0,02	4,0	0
Li ₂ CO ₃	2 Cr(III)	2,03	0,05	2,5	1,34
	+ 1 Cr(III)				
	+ 1 Cr(VI)	1,97	0,05	2,5	1,34
Na ₂ CO ₃	1 Cr(III)	0,98	0,03	3,1	1,49
K ₂ CO ₃	1 Cr(III)	1,01	0,03	3,0	0,74
BaCO ₃	0,2 Cr(III)	0,202	0,006	3,0	0,74
	0,1 Cr(III)				
	+ 0,1 Cr(VI)	0,196	0,007	3,6	1,28
CaCO ₃	0,1 Cr(III)	0,099	0,007	7,1	0,32
	0,05 Cr(III)				
	+ 0,05 Cr(VI)	0,012	0,007	6,9	0,64

tion übt keinen Einfluß auf die Cr-Extraktion aus. Chrom kann in KI und NH₄I nach dem Eichkurvenverfahren bestimmt werden. Die Eichlösungen werden durch Extraktion aus wäßrigen Cr(III)-Standardlösungen bei pH $5 \pm 0,5$ (0,05 M Acetatpufferlösung) unter den gleichen Versuchsbedingungen wie die Probe-lösungen hergestellt. Für BaCl₂, CaCl₂, Na₂CO₃, Li₂CO₃, K₂CO₃, BaCO₃ und CaCO₃ erfolgt die Bestimmung und die Auswertung des Gesamt-Chromgehaltes nach der Standardad-ditionsmethode.

Gereinigte Salzproben dienen zur Prüfung der Richtigkeit der beschriebenen Analysenmethode. Die Ergebnisse von 5 Par-

allelbestimmungen sind in Tabelle 3 angegeben. Für KI und NH₄I (Eichkurvenverfahren), sowie für die Carbonatproben [Eichzusatzverfahren mit Cr(III)-Addition] wurde kein systematischer Unterschied zwischen den gegebenen und gefundenen Werten nachgewiesen [$t_{\text{exp}} = t(P = 95\%, f = 4) = 2,78$]. Die beschriebene Methode erlaubt die Bestimmung von $1 \cdot 10^{-6}\%$ Chrom mit einer relativen Standardabweichung von 2 bis 8%.

Literatur

- Whiteley RV Jr, Merrill RM (1982) Fresenius Z Anal Chem 311:7
- Irving HMNH, Al-Jarvan RH (1973) Anal Chim Acta 63:79
- McKavenney JP, Freiser H (1958) Anal Chem 30:1965
- Zolotov Yu A, Petrukin OM, Izosenkova LA, Krasilnikova EV (1971) Zh Neorg Khim 16:2563
- Petrukin OM, Izosenkova LA, Marov IN, Dubrov Yu N, Zolotov Yu A (1967) Zh Neorg Chim 12:1407
- Cherkashina TV, Petrova EI, Goryanskaya GP (1968) Zh Analit Khim 23:1338
- Lascote J, Earing MH, Wiberly SE (1951) Anal Chem 23:871
- Bryan HA, Dean JA (1957) Anal Chem 29:1289
- Feldman FJ, Purdy WC (1965) Anal Chim Acta 33:273
- Goto T, Giuba S (1974) Jpn Analyst 23:517
- Katz SA, McNabb WM, Hazel JF (1962) Anal Chim Acta 27:405
- Nakagawa H, Muneyoshi F, Kosako M, Ozasa K (1976) Jpn Analyst 25:558
- Aihara M, Kiboku M (1975) Jpn Analyst 24:718
- Bergmann H, Hardt K (1979) Fresenius Z Anal Chem 297:381

Eingegangen am 21. Juli 1984; neue Fassung 15. Januar 1985

Fresenius Z Anal Chem (1985) 321:595–596
© Springer-Verlag 1985

Uranbestimmung in Pflanzen mit Hilfe der Röntgenfluoreszenzanalyse

A. Hattenhorst und H. Rethfeld

Landwirtschaftliche Untersuchungs- und Forschungsanstalt, Postfach 5925, D-4400 Münster, Bundesrepublik Deutschland

Determination of Uranium in Plant Material by X-Ray Fluorescence Analysis

Prinzip. Zur Bestimmung von Uran in Pflanzen werden die Proben verascht, mit Salpetersäure aufgenommen und mit gesättigter Aluminiumnitratlösung versetzt. Durch Ausschütteln mit Ethylacetat wird Uran abgetrennt, das organische Lösungsmittel wird abgedampft, Uran an Cellulose-Hyphan angereichert und mit einer Röntgenfluoreszenzapparatur gemessen.

Durchführung

Aufbereitung. Die Proben werden getrocknet und gemahlen. 5 g Probenmaterial werden in einer Platinschale 2 h verascht, mit 4 ml konz. Salpetersäure versetzt und zur Abscheidung von Siliciumdioxid mind. 24 h stehen gelassen.

Extraktion. Die Lösung wird samt Rückstand mit 6 ml bidest. Wasser und 30 ml gesättigter Aluminiumnitratlösung in einen Schütteltrichter gespült und dreimal mit 10 ml Ethylacetat ausgeschüttelt. Die organischen Phasen werden gesammelt, vom Restwasser getrennt und nach Zugabe von 1 ml bidest. Wasser langsam auf dem Wasserbad eingedampft [1].

Offprint requests to: H. Rethfeld

Anreicherung. Der Rückstand wird mit 20 ml 3 N Salzsäure unter Erwärmen aufgenommen, mit 80 ml bidest. Wasser und 1 ml einer 5%-igen Titriplex-V-Lösung (pH 4,5) versetzt und mit Natronlauge auf pH 6 eingestellt. Die Lösung wird mit 50 mg Cellulose-Hyphan mindestens 30 min geschüttelt [2] und über einen Schwarzbandfilter (\varnothing 50 mm) abgesaugt. Das Cellulose-Hyphan wird auf dem Filter flachgedrückt und mit einer 0,3%igen Aceton-Cellit-Lösung fixiert.

Messung. Die Filter werden mit einer wellenlängendispersiven Röntgenfluoreszenzapparatur gemessen:

Folgende Meßparameter werden empfohlen:

Meßzeit: 200 s	Kollimator: 0.15
Molybdän-Röhre	Winkel: $U L_{\alpha}$
Kristall: LiF ₂₀₀	Detektor: SZ
Al-Filter	

Verfahrenskenngrößen. Die Wiederfindung liegt bei $\sim 95\%$. Der optimale Konzentrationsbereich bewegt sich zwischen 30 ng/g–2000 ng/g. Die Nachweisgrenze (3δ) beträgt 25 ng/g.

Literatur

- Biehl R (1975) Laborbericht (Ce/75) KFA Jülich GmbH
- Burda P (1984) Fresenius Z Anal Chem 318:1–11

Eingegangen am 16. Oktober 1984

Fresenius Z Anal Chem (1985) 321:596
© Springer-Verlag 1985