

melektroden) 5 min rühren, dann mit 0,05 M $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ potentiometrisch titrieren nach H. Khalifa u. a. (Microchem. J. **30**, 319 (1984)). — Microchem. J. **35**, 30–39 (1987). Chem. Dept., Univ. Cairo, Giza (ET) W. Schmidt

Fluorometric determination of aromatic aldehydes with 1,4-dimethyl-3-carbamoylpyridinium chloride. A. Sano, M. Ogawa and S. Takitani.

1,4-Dimethyl-3-carbamoylpyridiniumchlorid wird als neues fluo-rogenes Reagens für aromatische Aldehyde synthetisiert. Aldehyde ergeben mit dem Reagens nach 50 min Reaktion in Gegenwart von Alkali und Natriumsulfid bei 37°C ein grün fluoreszierendes Reaktionsprodukt mit Maxima der Anregungswellenlänge bei 420–439 nm und der Emissionswellenlänge von 504–519 nm. Aromatische Aldehyde, mit Ausnahme solcher, die Hydroxy- oder Dimethylamino-Gruppen enthalten, reagieren mit diesem Reagens. Benzaldehyd, Furfural und 4-Methoxybenzaldehyd können mit diesem Reagens im Konzentrationsbereich von 0,06–3 nmol/ml mit einer relativen Standardabweichung von 0,5–2,5%, 0,08–3 nmol/ml bzw. 0,3–6 nmol/ml bestimmt werden. — Anal. Sci. **3**, 359–362 (1987). Fac. Pharm. Sci., Sci. Univ. Tokyo, Shinjuku, Tokyo (J) R.H.S.

Fluorometric determination of vanillin with 4,5-dimethyl-o-phenylenediamine. M. Katayama, Y. Mukai and H. Taniguchi.

Ein einfaches und empfindliches fluorimetrisches Verfahren zur Bestimmung von Vanillin wird beschrieben. Vanillin ergibt in alkalischer Lösung nach Reaktion mit 4,5-Dimethyl-o-phenylenediamin in saurem Medium ein intensiv blau fluoreszierendes Reaktionsprodukt (Anregungswellenlänge 337 nm, Emissionswellenlänge 400 nm). Vanillin kann mit diesem Verfahren im Bereich von 1–2000 ng/ml mit einer relativen Standardabweichung bei 10 ng/ml Vanillin von 1,80% bestimmt werden. Das fluoreszierende Reaktionsprodukt wird als 2-(4-Hydroxy-3-methoxyphenyl)-5,5-dimethylbenzimidazol identifiziert. — Anal. Sci. **3**, 369–372 (1987). Meiji Coll. Pharm., Setagaya, Tokyo (J) R.H.S.

Bonded cyclodextrin stationary phase columns for the separation of cis/trans cyclohexane derivatives. G.W. Tindall.

Cyclohexane derivatives are important in the manufacture of monomers for the preparation of polyester polymers. The separation of cis/trans isomers of these derivatives has been investigated by using a bonded cyclodextrin column. This stationary phase offers excellent selectivity for the separation of these compounds. Although the efficiency of this column with the cyclohexane derivatives is less than the efficiency with nitroanilines, its excellent selectivity enabled adequate separation of the isomers of all but one of the compounds studied. A strategy for enhancing the efficiency and selectivity of this stationary phase is presented. — J. Liquid Chromatogr. **10**, 1077–1084 (1987). Res. Labs. Eastman Chem. Div., Kodak Co., Kingsport, TN (USA)

Application of bis[4-nitro-2-(3,6,9-trioxadecyloxy-carbonyl)-phenyl]oxalate (TDPO) to post-column chemiluminescence detection in high-performance liquid chromatography. K. Imai, Y. Matsunaga, Y. Tsukamoto and A. Nishitani.

TOPO wird als Modellaryloxyat für den Chemiluminescenznachweis fluoreszierender Verbindungen eingesetzt. Einige fluoreszierende Verbindungen wie Perylen, Eosin, Rhodamin, Bengalrosa, Fluorescein und Umbelliferon ergaben mit relativ hohen Wassergehalten bis zu 40% bessere Chemiluminescenzausbeuten, während Dansylalanin, 8-Anilino-naphthalin-1-sulfonsäure, 7-Nitrobenzo-2-oxa-1,3-diazol-4-yl-prolin und Dihydronicotinamidadeninucleotid geringere Luminescenzausbeuten zeigten. Der Einfluß der Temperatur und der Zeit auf die post-column Chemiluminescenzreaktion nach Reversed-Phase HPLC wird untersucht. Unter optimierten Bedingungen kann mit TDPO für Dansyl-aminosäuren eine Nachweisgrenze im Sub-Femtombereich erreicht werden. Der Vorteil der Verwendung von TDPO zum HPLC-Nachweis beruht auf seiner Stabilität in Gegenwart von H_2O_2 . — J. Chromatogr. **400**, 169–176 (1987). Univ. Tokyo, Branch Hosp. Pharm., Bunkyo-ku, Tokyo (J) R.H.S.

Application of the electrostatic interaction concept for the study of the retention behaviour of peropyrene-type polycyclic aromatic hydrocarbons

in reversed-phase liquid chromatography. H. Lamparzyk, T. Nagoshi and K. Jinno.

Capacity factors of peropyrene-type polycyclic aromatic hydrocarbons were measured using 15 different liquid chromatographic reversed phase systems. On the basis of the retention data the electric interaction indices have been calculated. Application of these indices for structure-retention studies on peropyrene-type polycyclic aromatic hydrocarbons is demonstrated. — Chromatographia **23**, 473–476 (1987). Sch. Mater. Sci., Toyohashi Univ., Technol., Toyohashi (J)

Microdetermination of aminoindols with copper-selective electrodes. S.I. Obtemperanskaya, Assad Abdul Asis and A.N. Kashin.

Zur Mikrobestimmung von Aminoindolen (AI) wird ein potentiometrisches Verfahren ausgearbeitet, das auf der Komplexbildung von AI mit Cu(II) (AI:Cu(II) = 1:1 (tertiäre AI) bzw. 2:1 (primäre AI)) beruht. Die Lösungen werden mit einer Cu(II)-ionenselektiven Elektrode (z. B. CRytur, CS) und GKE als Bezugs elektrode mit Cu(II)-Maßlösung potentiometrisch titriert. Arbeitsweise. 3–15 mg AI werden in einem 25 ml-Meßkolben in Isopropanol bzw. Ethanol gelöst und zur Marke ergänzt. 1–3 ml davon werden in einem Titriergefäß mit 10 ml Wasser und falls nötig mit 0,01 M KOH (die Lösung soll gegen Phenolphthalein alkalisch reagieren) versetzt und mit 0,01 M CuSO_4 -Lösung gegen das angegebene Elektrodensystem potentiometrisch titriert. Auf diese Weise wurden Gramin, 7-Methyltryptamin, Tryptophan, 1-Methylethyl-2-aminoindol und 1-Methyl-3-heptyl-2-aminoindol mit einem s_r -Wert von höchstens 0,052 bestimmt. — Zh. Anal. Khim. **42**, 547–548 (1987) (Russisch, mit engl. Zus.fass.). Lomonosov Univ., Moskau (SU)

F. Jancik

Correlation between molecular structures and retention indices of pyrazines. S. Mihara and H. Masuda.

Die von S. Mihara und N. Enomoto (J. Chromatogr. **324**, 428 (1985)) abgeleitete Beziehung zwischen Molekülstruktur und Retentionsindices von Pyrazinen, die als Beziehung eine Summe von Inkrementen der Substituentengruppen annimmt, wird hier anhand von Retentionsdaten von 113 Pyrazinen überprüft. Wegen anderer vorliegender Substituenten wird hier eine erweiterte Beziehung abgeleitet, bei der die Retentionsindices von Pyrazinderivaten als Summe der Inkremente für die Substituenten, der Inkremente für die relative Stellung der Ringsubstituenten und des Retentionsindex für Pyrazin ausgedrückt wird. Unterschiede zwischen berechneten und gemessenen Werten werden diskutiert. — J. Chromatogr. **402**, 309–317 (1987). Ogawa Ltd., Kita-ku, Tokyo (J)

R.H.S.

In-column derivatization for the separation of heavy aza-arenes and olefins by liquid chromatography. L.A. d'Avila, H.M. Colin and G. Guiochon.

Die Komplexbildung mit Hg^{2+} und Protonen wurde benutzt zur Verbesserung der Trennung von schweren Olefinen und Aza-Arenen. Die Komplexbildung ist irreversibel und gleich der „Precolumn“-Derivatierung. Dank der Komplexbildung können mobile Phasen mit hohem Wassergehalt verwendet werden. — J. Liquid Chromatogr. **10**, 71–82 (1987). Inst. Quim., UFRJ-Ilha do Fundão, Rio de Janeiro (BR); Varex Corp., Rockville, MD (USA) J. Eliassaf

2 SPEZIELLE PRODUKTE UND ANWENDUNGSGEBIETE

2.1 Anorganische industrielle Produkte

Simultaneous determination of iron, cadmium and lead in zinc by proton activation analysis. N. de Brucker, K. Strijckmans and C. Vandecasteele.

Man bestimmte Fe, Cd und Pb in Zink durch Protonenaktivierung mit anschließender chemischer Abtrennung der Indicator-Radionuklide. Mit dieser Methode erreichte man Nachweisgrenzen von 0,03; 0,008 und 0,1 $\mu\text{g/g}$ Fe, Cd und Pb. Zur Kontrolle wurde das BCR SRM 321

„Unlegiertes Zink“ analysiert, wobei 2,23; 0,215 und 4,641 µg/g mit RSD innerhalb 1–7% gefunden wurden. Diese Werte stellen einen Beitrag zur vorläufigen Zertifizierung dieses Referenzmaterials dar. — *Anal. Chim. Acta* **195**, 323–329 (1987). Inst. Nucl. Service, Rijksuniv., Gent (B) W. Czys

Atomic absorption spectrometric determination of trace copper in high-purity aluminium by direct atomization. K. Takada.

Bei der direkten Atomisierung von Aluminium ($T > 2000^\circ\text{C}$) in einem Graphitiegel muß die Probe zur Vermeidung von Verlusten mit Graphitpulver (44 µm Korngröße) vermischt werden, um genaue Ergebnisse bei der Bestimmung von Kupferspuren zu erhalten. Mit genügender Menge von Graphitpulver erhält man Nachweisgrenzen von 0,18 ng für Cu mit einer relativen Standardabweichung von 2,6–16%. — *Anal. Sci.* **3**, 221–224 (1987). Res. Inst. Iron, Steel, Metals, Tohoku Univ., Katahira, Sendai (J) R.H.S.

Determination of trace manganese in aluminium and its alloy by graphite furnace AAS. E. Yoshimoto, T. Kitamura and M. Hasegawa.

The use of sulfuric acid as an effective matrix modifier has been studied to determine ppm or ppb levels Mn in Al and its alloy by graphite furnace AAS. The effect of sulfuric acid (0.25 M) was compared with other matrix modifiers such as nitric acid (0.5 M), L-ascorbic acid (0.1 M) and ammonium-EDTA (0.2 M). The determination of Mn in the presence of several inter-elements contained in commercial Al and its alloy was undertaken using the above modifiers. The most effective matrix modifier was sulfuric acid, the addition of which caused little or no significant interference except for Mg. The effectiveness of the addition of sulfuric acid as a matrix modifier was presumed to be due to the reaction of AlCl_3 with H_2SO_4 , resulting in the formation of $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ in the graphite furnace during the ashing stage. The accuracy of this method was examined by the determination of Mn in commercial high-purity Al (99.99%) and its alloy. The standard deviation was 0.010 ppm in the determination of 0.23 ppm Mn in high-purity Al. The detection limit of this method was about 0.05 ppm Mn in Al and its alloy. — *Bunseki Kagaku* **36**, 490–494 (1987) (Japanisch, mit engl. Zus.fass.). Res. Developm. Dept., Shiwa Aluminium Corp., Sakai-shi, Osaka (J)

Determination of silver, copper, iron and zinc in high-purity lead by metal furnace AAS. N. Fudagawa and A. Hioki.

A rapid analytical method with high precision has been developed for the determination of impurities in high-purity lead samples by AAS using a boat-type tungsten furnace. The samples were dissolved in nitric acid and sulfuric acid was added to precipitate lead as PbSO_4 . Impurity elements in the solutions (supernatant fluids) were determined by “in-boat” standard addition AAS. In order to evaluate the accuracy of the precipitation method, solvent extraction method was also carried out. Silver was extracted in dithizone/benzene and Cu was extracted in chloroform after the addition of bathocuproine in the presence of sodium acetate. These elements were then determined by AAS using the conventional calibration method. Fundamental studies were made on the loss of the impurity elements during the precipitation procedure and the effects of drying, ashing and atomizing temperatures, sheath gas flow rate and interferences from coexisting elements were also investigated. Based on the optimized conditions, the proposed method was successfully applied to the determination of trace amount of Ag, Cu, Fe and Zn in the British Chemical Standard No. 210e and Japan primary standard high-purity lead (Sumitomo 99.999%). — *Bunseki Kagaku* **36**, T85–T90 (1987) (Japanisch, mit engl. Zus.fass.). Nat. Lab. Ind., Yatabemachi, Ibaraki (J)

Analytical capabilities of laser mass spectrometric studies of hydrogen distribution in titanium. B.K. Zuev, L.L. Kunin, G.V. Mikhailova, V.S. Sevast'yanov and O.K. Timonina.

Am Beispiel der Analyse von Titan-Referenzstandardmustern (RSM) NBS 353 und VT1-0 wurde die Verlässlichkeit der mittels Laser-Massenspektrometrie (LMS) bestimmten Wasserstoff-Verteilung nachgeprüft. Durch statistische Auswertung der Analysenergebnisse berechnete man den mittleren Fehler (s_r) in bezug auf die Kraterdimension (0,01 cm) und den absoluten Wasserstoffgehalt; dieser Fehler beträgt bei der Analyse von RSM NBS 353 höchstens 0,15 und bei RSM VT1–0 0,050; bei der

Analysendurchführung aus einem Kristall der α -Phase beträgt der s_r -Wert 0,11 bzw. 0,16. Die Verlässlichkeit der LMS wurde durch Vergleich der LMS-Resultate mit denjenigen, die mittels der Methode der Probenschmelzung in der Sn-Wanne in N_2 -Strom bei 1600°C (Probeneinwaage ~ 200 mg) ermittelt wurden, nachgeprüft. Das Prinzip der LMS, ihre Charakteristiken und Geräteausrüstung wurden schon früher beschrieben (cf. diese Verff.: *Zavodsk. Lab.* **43**, 456 (1977); *Zh. Anal. Khim.* **34**, 1714 (1979)). — *Zh. Anal. Khim.* **42**, 655–659 (1987) (Russisch, mit engl. Zus.fass.). Vernadskii Inst. Geochem. Anal. Chem., Akad. Wiss., Moskau (SU) F. Jancik

Determination of traces of vanadium in molybdenum metal and compounds by ion exchange chromatography-spectrophotometry. F.W.E. Strelow.

Down to sub-parts-per-million concentrations of vanadium have been determined in up to 5 g of molybdenum metal or 10 g of its compounds. The vanadium has been separated by cation exchange chromatography in citric acid on 3-g AG50W-X8 resin columns, followed by spectrophotometry of the PAR complex in the presence of cyclohexanediaminetetraacetic acid to complex possible interfering trace elements. Separations are quite satisfactory, leaving only between 5 and 30 µg of molybdenum in the vanadium fraction when 10 g of H_2MoO_4 was present originally. Recoveries of vanadium from synthetic mixtures are quantitative, and 5 µg amounts of vanadium in 10 g of H_2MoO_4 have been determined with a standard deviation of 0.05 µg. — *Anal. Chem.* **59**, 1907–1911 (1987). Nat. Chem. Res. Lab., CSIR, Pretoria (ZA)

Polarographic determination of cobalt in metallic nickel and nickel salts using a catalytic system of Co(II)-Ni(II)- NO_2^- . Do Ngok Khue.

In metallischem Ni sowie in seinen Salzen kann Co aufgrund des katalytischen Stroms von $\text{Co(II)-Ni(II)-NO}_2^-$ mit der Quecksilbertropf-elektrode polarographisch bestimmt werden. Die Ni(II)-Ionen beeinflussen wesentlich die katalytische Reaktion der Co(II) und NO_2^- enthaltenden Lösung, so daß bis 1×10^{-7} mol/l Co(II) auf diese Weise mit genügender Selektivität bestimmt werden können. Co(II) wird in 0,25 M $\text{NH}_4\text{Cl}/0,25$ M NH_3 -Pufferlösung (pH 9,3) in Anwesenheit von 0,5–2,0 M NaNO_2 - und 2×10^{-4} M Ni(II)-Lösung bestimmt, wobei der Co(II)-Peak bei –1,2 bzw. –1,3 V (GKE) liegt. Unter diesen Bedingungen hängt die Höhe des Co(II)-Peaks von der Co(II)-Konzentration im Bereich 1×10^{-7} – 1×10^{-5} mol/l linear ab. Ni(II) und Zn(II) ($1:5 \times 10^4$), Cu(II) und Cd(II) ($1:10^4$), Cr(III), Mn(II), Mo(VI), Fe(III), La(III) und Er(III) ($1:10^3$) stören dabei nicht. Ausführliche Arbeitsweise s. Original. — *Zh. Anal. Khim.* **42**, 511–513 (1987) (Russisch, mit engl. Zus.fass.). Polytechn. Inst., Krasnodar (SU) F. Jancik

Determination of sulfur by thermal decomposition of 2-perimidinylammonium sulfate/isotope dilution mass spectrometry. K. Watanabe and M. Ouchi.

Simple procedure for the preparation of sulfur dioxide from sulfate was developed and applied to the determination of sulfur in steels by isotope dilution mass spectrometry. Sulfur in sulfate was recovered as 2-perimidinylammonium sulfate. The recovered precipitate was thermally decomposed by heating under vacuum at 450°C for 5 min to yield sulfur dioxide which was used for subsequent mass spectrometric isotope analysis. Steel samples were dissolved to convert all sulfur into sulfate using nitric and hydrochloric acids. Iron was removed by extraction with 4-methyl-2-pentanone prior to precipitation of the sulfate. The results on JSS standard samples were in good agreement with the standard values. The relative standard deviation was less than 5% for sulfur contents in the range of 0.0014–0.019%. — *Bunseki Kagaku* **36**, T77–T80 (1987) (Japanisch, mit engl. Zus.fass.). Anal. Chem. Lab., Japan Atomic Energy Res. Inst., Naka-gun, Ibaraki (J)

Rapid spectrophotometric determination of vanadium(V) with 1-(2'-thiazolylazo)-2-naphthol. M.C. Eshwar and C.D. Sharma.

Amounts of V(V) up to 50 µg were determined by complex formation with 1-(2'-thiazolylazo)-2-naphthol (TAN) at pH 2.0–2.5 in 36% methanol soln. and absorbance measurement at 610 nm. *Procedure.* The pH of an aliquot of V(V) soln. and 2.0 ml of 10% KSCN was adjusted to 2.3, 1.0 ml of 1% gelatin and 3.0 ml of 0.1% TAN in methanol were added. The complex was dissolved by addition of 10 ml of methanol and the soln. made up with water to 25 ml for absorbance measurement

against a reagent blank. The 1:1 complex obeyed Beer's law in the range 0.08–2.24 µg/ml of V(V), had molar absorptivity $1.50 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ at 610 nm, Sandell sensitivity 3.0 ng/cm² and coefficient of variation $\pm 0.82\%$. Only Ni(II), Sc(III), V(IV) and EDTA interfered among 57 ions studied and the method was applied to determination of V in high speed steel. — *Microchem. J.* **35**, 27–29 (1987). Dept. Chem., Indian Inst. Technol., Bombay (IND) C.K. Laird

Radio-isotope neutron activation analysis for vanadium, manganese and tungsten in alloy steels. S.M.L. Galdino, C.C. Dantas and R. van Grieken.

Zur Bestimmung von V, Mn und W in legierten Stählen wird ein Neutronenaktivierungsverfahren unter Verwendung einer ²⁴¹Am/Be-Neutronenquelle beschrieben. Die Proben werden bestrahlt, wobei folgende Kernreaktionen induziert werden: ⁵¹V(n,γ)⁵²V, ⁵⁵Mn(n,γ)⁵⁶Mn und ¹⁸⁶W(n,γ)¹⁸⁷W. Die Aktivitäten werden mit einem NaI(Tl)-Detektor gemessen. Interferenzen bei den gemessenen Photopeaks sind zu vernachlässigen, wenn die Halbwertszeiten von ⁵²V, ⁵⁶Mn und ¹⁸⁷W gemessen werden. Die drei Elemente wurden in Spezialstählen in Konzentrationen von 1,5–12,9% bestimmt, Mn außerdem in Gußeisen in Konzentrationen von 0,5–1,6%. Kalibriert wurde durch Vergleich mit Ergebnissen naßchemischer und röntgenfluoreszenzspektrometrischer Analysen. Im günstigsten Fall wurde bei mittleren Analysenzeiten von 45 min für W eine Präzision von 4,0% und eine Richtigkeit von 3,4% erreicht. Bei Mangan sind die entsprechenden Daten 22,8 min sowie 3,8% bzw. 3,1%. Richtigkeit bei V 1,9% (Analysenzeit 11 min). — *Anal. Chim. Acta* **196**, 337–343 (1987). Dept. Nucl. Energy, Fed. Univ. Pernambuco, Recife, PE (BR); Dept. Chem. Univ. Antwerpen, Wilrijk (B) W. Czysz

Synthesis of sensitive pyridylhydrazone reagents and extraction-spectrophotometric determination of trace nickel with 2-pyridinecarbaldehyde 2-(5-nitro)-pyridylhydrazone (PANPH). H. Ishii, T. Odashima and T. Hashimoto.

Drei neue Hydrazone, bei denen der Wasserstoff im Pyridinring von 2-Pyridinecarbaldehyd-2-pyridylhydrazon im Hydrazinteil des Moleküls durch eine Methyl-, Chlor- oder Nitrogruppe substituiert ist, werden synthetisiert und auf ihre Eigenschaften für die extraktions-spektrophotometrische Bestimmung von Metallen eingesetzt. PANPH wird in benzolischer Lösung zur Extraktion von Nickel aus schwach sauren (pH 6), Thioglykolat enthaltenden Lösungen eingesetzt. Die Absorption des entstehenden Komplexes wird bei 507 nm gemessen. Das Verfahren kann zur hochempfindlichen und selektiven Bestimmung von Nickel in Stahlproben eingesetzt werden. Die Methode kann durch Aufnahme der Ableitungsspektren noch empfindlicher gemacht werden. — *Anal. Sci.* **3**, 347–352 (1987). Chem. Res. Inst. Non-Aqueous Solut., Tohoku Univ., Katahira, Sendai (J) R.H.S.

Spectrofluorimetric determination of beryllium in rocks, alloys and steels with Nuclear Fast Red. F. Salinas, A. Muñoz de la Peña and F. Muñoz de la Peña.

Spektrofluorimetrische Bestimmungen von Be-Spuren, basierend auf der Reaktion mit Natrium-1,3-dihydroxy-4-amino-anthrachinon-2-sulfonat (Nuclear Fast Red), werden durchgeführt. Zur Eichung verwendet man eine wäßrige $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ M}$ Reagenslösung und eine 1,000 g/l Standard-Be²⁺-Lösung aus der entsprechenden Menge BeSO₄ · 4H₂O in 0,2 M HCl. Probeflösungen mit 10–80 ng/ml Be²⁺, 3 ml 1 M CH₃COOH/Acetatpufferlösung (pH 6,25) und 6 ml $1,0 \cdot 10^{-4} \text{ M}$ Reagenslösung werden mit aqua dest. auf 25 ml verdünnt. Die Fluoreszenzintensität ($\lambda_{\text{ex}} = 495 \text{ nm}$, $\lambda_{\text{em}} = 560 \text{ nm}$) wird bei 20°C gemessen. Die Stöchiometrie des Be²⁺-Komplexes beträgt 1:1. Die Nachweisbarkeitsgrenze liegt bei 3 ng/ml. Die Methode läßt sich zufriedenstellend auf die Be-Bestimmung in Gesteinen und Legierungen, insbesondere Stählen, anwenden. — *Analyst* **112**, 645–648 (1987). Dept. Anal. Chem., Univ. Extremadura, Badajoz (E) F.T. Bartsch

X-ray microanalysis of second-phase precipitates in copper/zinc/aluminum shape-memory alloys based on the parameterless correction method. E. van Capellen, J. van Landuyt and F. Adams.

Präzipitate zweiter Phase können die Eigenschaften von shape-memory-Legierungen durch mechanische Wechselwirkung der Martensit-Ta-

fel mit den Partikeln oder durch Einflüsse eines Wechsels der Matrixzusammensetzung hervorrufen. Die hier analysierten Präzipitate werden bei der Fällung eines γ-Messingphasentyps in einer Cu/Zn/Al-Legierung durch Abschrecken von 530°C in Eiswasser und nachfolgendes Altern für 3 min bei 300°C hergestellt. Dabei erhält man kubenförmige Niederschläge mit Kantenlängen von weniger als 50 nm. Die quantitative Röntgenstrahlen-Mikroanalyse auf der Grundlage eines parameterlosen Korrekturschemas ermöglicht es zu erkennen, ob die Präzipitate mehr oder weniger Aluminium enthalten als die Matrix. Die Analysenwerte zeigen, daß die sehr kleinen Niederschlagskuben mehr Al enthalten als die Matrix. — *Anal. Chim. Acta* **195**, 257–263 (1987). RUCA, Univ., Antwerpen; UIA/Univ. Antwerpen, Wilrijk (B) W. Czysz

A new extractive spectrophotometric method for the determination of indium(III) in nickel-base alloys and zinc-base alloys. Y. Anjaneyulu, C.S. Kavipurapu, M.R.P. Reddy and P.C. Mouli.

Indium(III) was determined in the range 0.28–2.8 µg/ml by formation of its 1:2:1 ternary complex with 4-(2-pyridylazo)-resorcinol and cetyltrimethyl benzyl ammonium chloride at pH 7–9.0 (borate buffer, pH 8.6), extraction into CHCl₃ and absorbance measurement at 510 nm against a reagent blank. The complex had molar absorptivity $6.8 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ at 510 nm, the Sandell sensitivity was $1.7 \times 10^{-3} \text{ µg cm}^{-2}$, and Beer's law was obeyed over the stated concn. range. The standard deviation was 0.19 and 0.21 for determination of 10 and 20 µg of In, respectively. Tolerance levels for foreign ions are reported; many potentially interfering ions could be masked with cyanide, and the determination could be carried out in the presence of Hg(II), Cd, V(V), Mn(II), Cr(III), Pb(II), Ca, Zn, Al, Bi(III), Sb(III) and Fe(III). The method was applied to determination of In in nickel-base and zinc-base alloys after dissolution in HNO₃/H₂SO₄ mixture. — *Analisis* **15**, 106–109 (1987). Dept. Chem., Nagarajuna Univ., Nagarajuna Nagar (IND) C.K. Laird

Selective and sensitive extraction spectrophotometric method for the determination of palladium in titanium base alloys. Y. Anjaneyulu, C.S. Kavipurapu, M.R. Reddy and B.V. Rao.

Zur spektrophotometrischen Bestimmung von Pd (0,1–0,8%) in Ti-Grundlegierungen extrahiert man zunächst mit CHCl₃ aus der in 2,5 M HCl gelösten Probe Pd(II)-PAR(4-(2-Pyridylazo)resorcin)-XMH(Xylo-metazolin-Hydrochlorid)-Ionenpaare. Der rosarote organische Extrakt absorbiert bei 520 nm. Die Wiederfindensrate liegt zwischen 96,0 und 104,0%. — *Anal.* **112**, 689–691 (1987). Dept. Chem., Nagarajuna Univ., Nagarajuna Nagar (IND) F.T. Bartsch

Simultaneous determination of thallium, silver, copper, cadmium, lead, nickel and zinc in standard reference materials by isotope dilution surface ionization mass spectrometry. M. Murozumi, S. Nakamura and S. Kawahara.

Isotope dilution surface ionization mass spectrometry has been applied to the accurate determination of Tl, Ag, Cu, Cd, Pb, Ni and Zn in standard reference materials. After being spiked with ²⁰³Tl, ¹⁰⁷Ag, ⁶³Cu, ¹¹⁶Cd, ²⁰⁶Pb, ⁶¹Ni and ⁶⁸Zn, the spiked sample was decomposed with a mixture of HNO₃, HClO₄ and HF at low temperature under pressure and the digest was evaporated to dryness under nitrogen. The residue was dissolved in dilute HNO₃ solution. The heavy metals were extracted from the solution as their dithizonates into chloroform. An aliquot was applied to the mass spectrometer equipped with a surface ionization device incorporating a Re single filament. With raising the temperature of ionization filament, the mass spectrometer could measure successively the wide range of isotopic ratio of the spiked elements within 1% relative standard deviation. The present method could determine minute amounts, i.e., $10^{-9} \sim 10^{-11} \text{ g}$ of the above elements with a precision of 1%. — *Bunseki Kagaku* **36**, 425–430 (1987) (Japanisch, mit engl. Zus.fass.). Muroran Inst. Technol., Muroran-shi, Hokkaido (J)

Surface characterization of pure and chemically modified minerals by laser microprobe mass spectrometry. J.K. de Waele, H. Wouters, L. van Vaeck, F. Adams and E. Ruiz-Hitzky.

Verff. beschreiben den Einsatz eines Laser-Mikrosonden-Massenanalysators (LAMMA-500; Leybold-Heraeus) zur Charakterisierung der Oberfläche von chemisch modifizierten Mineralien (Kronenether/Mont-

morillonit und Organosilan/Sepiolit) und zum Nachweis von Mikrokrystalliten an der Oberfläche einer anorganischen Matrix (Brcuit-Oberflächenschicht von Chrysotil-Fasern). Es wurde mit Laserdesorptionsbedingungen gearbeitet. Die Untersuchung zeigt, daß die Laser-Mikrosonde für diese Analysen sehr gut geeignet ist. — *Anal. Chim. Acta* **195**, 331–336 (1987). Dept. Chem., Univ., Antwerpen (B) W. Czys

Determination of tungsten in ores and concentration by atomic absorption spectrometry: Suppression of atomization interferences from calcium. C. Chong and N. Meriam.

Ein Varian Techtron Model AA 875 Atomabsorptionsspektrometer wird zur Bestimmung von W in Erzen und Konzentraten eingesetzt. Eine $N_2O-C_2H_4$ -Reduktionsflamme mit Fließgeschwindigkeiten von 10 und 5,5 l/min je Komponente findet Verwendung zur Absorptionsmessung bei 400,9 nm. Die Proben werden in geschmolzenem $KHSO_4$ zersetzt. Ebenso verstärkt $KHSO_4$ das W-Absorptionssignal auf das 2–3fache und unterdrückt Störungen durch Al^{3+} , Ti^{4+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Nb^{5+} , Ta^{5+} , Mo^{6+} , Sb^{3+} , Ni^{2+} , Bi^{3+} , Mg^{2+} , Pb^{2+} , Co^{2+} , Ag^+ , Zn^{2+} , Cu^{2+} und Sn^{2+} . Ca^{2+} stört bei Konzentrationen $>0,1$ mg/100 ml beträchtlich. Dieser Effekt kann jedoch durch Hinzugabe einer Na-Silicatlösung ab einem minimalen Si:Ca-Konzentrationsverhältnis von 1,5:1 eliminiert werden. Die Anwendungsmöglichkeiten dieser W-Bestimmungsmethode werden an Wolframit, Scheelit, Wolframit-Cassiterit und schweren Mineralkonzentraten demonstriert. Die relative Standardabweichung liegt bei 4,2%. — *Analyst* **112**, 627–630 (1987). Geol. Surv. Lab., Ipoh, Perak (MAL) F.T. Bartsch

Differential-pulse polarographic determination of iodide in common salt. R.G. Dhaneshwar, A.V. Kulkarni and L.R. Zarpakar.

Ein differentialpuls-polarographisches Verfahren ohne Trenn- oder Vorkonzentrierungsschritte wird zur Bestimmung von Iodid in mit Iodid angereicherten Speisesalzen eingesetzt. Dazu wird das Iodid in der wäßrigen Salzlösung mit alkalischer Lösung von Hypobromid zu Iodat oxidiert. Das gebildete Brom wird abgedampft, der pH auf 8 eingestellt und die Polarogramme von $-0,8$ bis $-1,40$ V gegen eine Ag/AgCl-Elektrode aufgenommen. Die Iodatreduktionsstufe wird zur quantitativen Bestimmung eingesetzt. Bromat und Chlorat stören die Bestimmung nicht. Im Konzentrationsbereich von 7 ppm Iodid muß mit einer relativen Standardabweichung um 10% gerechnet werden. Fehler, die durch eine nicht-quantitative Wiederfindungsrate auftreten, können durch Eichproben behoben werden. — *Analyst* **112**, 1073–1074 (1987). Anal. Chem. Div., Bhabha Atomic Res. Center, Trombay, Bombay (IND) R.H.S.

Spectrophotometric and analogue derivative spectrophotometric determination of trace zinc with 5,10,15,20-tetrakis(4-sulfophenyl)porphine in presence of high concentrations of cadmium. H. Ishii and H. Tsuchiai.

Zn(II) bildet mit 5,10,15,20-Tetrakis(4-sulfophenyl)porphin (I) bei Zimmertemperatur 1:1-Komplexe (durch Metallsubstitution aus dem Cd-I-Komplex in neutraler Lösung unter Zusatz von Imidazol). Zur Bestimmung wird die Probe mit weniger als $4 \mu\text{g}$ Zn(II) mit 5 ml einer 0,5%igen Cd(II)-Lösung, 1 ml einer $1,5 \times 10^{-4}$ M Reagenslösung und 3 ml Imidazol/ HNO_3 -Puffer (pH 7,1; 0,5 M Imidazol) versetzt. Nach 20 min wird 0,2 M EDTA zugefügt und mit Wasser auf 25 ml verdünnt. Die Absorption wird bei 425 nm gegen eine Blindprobe gemessen. Das Verfahren kann gut ohne vorherige Vorkonzentrierung zur Zn-Bestimmung in Cd-Salzen eingesetzt werden. Das Verfahren kann durch Einsatz der Ableitungsspektren noch empfindlicher gestaltet werden. — *Anal. Sci.* **3**, 229–233 (1987). Chem. Res. Inst., Non-Aqueous Solutions, Tohoku Univ., Sendai (J) R.H.S.

Determination of impurities in barium titanate by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. H. Morikawa and T. Ishizuka.

Ein empfindliches Verfahren zur Bestimmung von Verunreinigungen in Bariumtitanat durch ICP-AES nach Säureaufschluß wird beschrieben. Dazu werden 0,5 g Probe mit 15 ml HCl in einem PTFE-Gefäß zersetzt. Die Lösung enthält 0,29% m/V Ba, 0,10% m/V Ti und 6,4% m/V HCl als Matrixkomponenten. Ba und Ti erhöhen die Untergrundwerte und erniedrigen die Emissionsintensitäten aller zu bestimmenden Elemente, diese Effekte nehmen zu, wenn beide Matrixkomponenten vorhanden sind. Deshalb müssen mit Ba und Ti versetzte Blindlösungen zur Erstel-

lung von Eichkurven verwendet werden. 12 Elemente werden in kommerziellen Bariumtitanatpulvern mit hoher Empfindlichkeit und guter Genauigkeit mit diesem Verfahren bestimmt. — *Analyst* **112**, 999–1002 (1987). Anal. Chem. Div., Chem. Dept., Governm. Ind. Res. Inst., Nagoya (J) R.H.S.

Simultaneous determination of the cerium content and the thickness of cerium-activated alkaline earth metal sulfide films by X-ray fluorescence spectrometry. M. Tammenmaa, I. Yliuokanen, M. Leskelä and L. Niimistö.

Sandwichartige Filmstrukturen spielen in der modernen Halbleiter-, Mikro- und ptoelektronik und ähnlichen Technologien eine bedeutende Rolle. In diesem Zusammenhang wurden der Cergehalt und die Filmdicke von durch Cer aktivierten Erdalkalimetallsulfid-Filmen gleichzeitig bestimmt. Die Cer-Bestimmung wurde mit Hilfe von Standardlösungen auf Filterpapier kalibriert. Die Filmdicke bestimmte man durch Vergleich der $S K\alpha$ -Intensitäten mit denen in Zinksulfid-Standards. Die Nachweisgrenze für Cer liegt im Bereich $0,1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$. — *Anal. Chim. Acta* **195**, 351–355 (1987). Dept. Chem., Univ. Technol., Espoo (SF) W. Czys

Analysis of layered $Al_xGa_{1-x}As$ on gallium arsenide by electron microprobe and secondary-ion mass spectrometry. M. Moens, H. Nullens and F. Adams.

Zwei Proben, die einige μm dicke Schichten von $Al_xGa_{1-x}As$ unterschiedlicher Zusammensetzung auf einem Galliumarsenid-Substrat enthalten, werden mit Hilfe zweier Analysemethoden untersucht. Die Elektronenmikrosontentechnik wird angewendet, um an einem Querschnitt die Dicke der aufgetragenen Schicht zu messen, qualitative Informationen durch Röntgen-Linienscans zu erhalten und um die Zusammensetzung der Schichten exakt mittels energiedispersiver Röntgen-Spektrometrie zu bestimmen. Mit Sekundärionen-Massenspektrometrie erhaltene Tiefenprofile werden zur Untersuchung der Tiefenauflösung in tieferen Bereichen der Probe herangezogen. Die mit diesen unterschiedlichen Methoden erhaltenen Ergebnisse passen gut zusammen und sie stimmen mit denen publizierter Werte für den gleichen Probenotyp überein. — *Anal. Chim. Acta* **195**, 193–200 (1987). Dept. Chem., Univ., Antwerpen (B) W. Czys

Determination of tellurium in gallium arsenide by graphite furnace AAS. S. Nakayama, M. Shibata, H. Mizusuna and S. Harada.

Variou dopants in gallium arsenide have been determined by graphite furnace AAS. We tried to separate matrix from the sample. Gallium in 7 M HCl was extracted with diisopropyl ether. Arsenide was selectively evaporated from the furnace. Dopants in gallium arsenide are usually determined in the order of ppm by graphite furnace AAS. Nickel solution as a matrix modifier was doped into the furnace and dried before the atomization of Te. Ashing temperature (500°C) and atomizing temperature (2000°C) was set. Molecular absorption of arsenide didn't appear in doping of $1 \mu\text{g}$ of Ni. Atomic absorption of Te was about five times sensitized. As the results, these procedures enabled the determination of Te in the order of 0.2 wt. ppm in gallium arsenide. — *Bunseki Kagaku* **36**, 499–502 (1987) (Japanisch, mit engl. Zus.fass.). Anal. Character. Center, Sumitomo Elec. Ind., Itami-shi, Hyogo (J)

Estimation of deviation of semiconductor compound composition from stoichiometry by precise measurement of lattice period and density. A.N. Morozov and V.T. Bublik.

Die unabhängige genaue Messung der Periode des Kristallgitters nach der Bond-Methode (cf. *Acta Crystallographica* **13**, 814 (1960)) (Meßgenauigkeit 1×10^{-5} Å) und des spezifischen Gewichts mittels der Methode der hydrostatischen Wägung (Genauigkeit $0,00002 \text{ g}/\text{cm}^3$) erlaubt den Strukturtyp und die Konzentration der überwiegenden Selbstdefektpunkte und die Abweichung von der Stöchiometrie sowie das Homogenitätsgebiet zu bestimmen; für die Halbleiter des Typs $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$ können diese Parameter mit einem Fehler von $5 \times 10^{17} - 3 \times 10^{18} \text{ cm}^3$ bestimmt werden. Die Genauigkeit der Bestimmung der Abweichung von der Stöchiometrie wird vor allem durch die ungenaue Bestimmung der Atommasse von den am Bau der Kristall-Halbleiter teilnehmenden Elementen beeinflusst, was auch durch die Analyse der Halbleiter GaAs, InAs, GaP, InP, GaSb und InSb bestätigt wurde. Die erzielten Resultate

sind in einer Tabelle zusammengefaßt. — *Zh. Anal. Khim.* **42**, 617–625 (1987) (Russisch, mit engl. Zus.fass.). Inst. Stahl Legierungen, Moskau (SU)
F. Jancik

Determination of oxygen in molybdenum disilicide using vacuum fusion analysis. K. Shigeta, T. Kikuchi and K. Furuya.

Determination of oxygen in molybdenum disilicide was studied by vacuum fusion analysis and inert gas fusion analysis. The chemical states of oxygen were also investigated by heating gas extraction analysis to assure the reliability of the method. Oxygen contents of molybdenum disilicides, which were analyzed at 2100°C and 2000°C under different conditions using vacuum fusion analysis, were compared with those obtained at 2400, 2700 and 3000°C. Oxygen content of molybdenum disilicide with platinum in graphite capsule at 2000°C using vacuum fusion analysis agreed with that at 2700°C using inert gas fusion analysis within their experimental errors. From the comparison of heating gas extraction curves, the chemical states of oxygen in molybdenum disilicide were suggested as adsorbed water and surface and bulk oxygen which was assumed as silicon dioxide. — *Bunseki Kagaku* **36**, 462–466 (1987) (Japanisch, mit engl. Zus.fass.). Dept. Appl. Chem., Fac. Sci., Sci. Univ. Tokyo, Shijuku-ku, Tokyo (J)

Nuclear magnetic relaxation dispersion measurement of water mobility at a silica surface. C.F. Polnaszek, D.A. Hanggi, P.W. Carr and R.G. Bryant.

Man mißt kernmagnetische Relaxationsgeschwindigkeiten als Funktion der Magnetfeldstärke, die den Larmor-Protonfrequenzen zwischen 0,01 und 42 MHz von Silicagelproben entsprechen, an deren Oberfläche freie Nitroxid-Radikale kovalent angelagert sind. Die Abhängigkeit der Relaxationsgeschwindigkeit von der Feldstärke wird mit Hilfe eines Übertragungsmodells für die Relaxationsgleichung interpretiert. Man erhält so einen übertragenen Diffusionskoeffizienten für Wasser in unmittelbarer Nachbarschaft des an der Oberfläche angelagerten Radikals. Dieser Koeffizient ist $2,1 \times 10^{-6} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ bei 278 K für Si-4000. — *Anal. Chim. Acta* **194**, 311–315 (1987). Dept. Chem., State Univ., Minneapolis, MN (USA)
W. Czysz

Spectrophotometric determination of germanium and phosphorus in siliceous materials after hydrofluoric acid distillation. V. Hernandez, L. Maciá and J.V. Sala.

Ein spektralphotometrisches Verfahren zur Bestimmung von P und Ge in kieselsäurehaltigen Materialien, welches auf der Bildung der Heteropolymolybdate beruht, wird beschrieben. Dabei wird die HF-Destillation der Gesteinsproben gleichzeitig zur Zersetzung der Probe und zur Abtrennung von Si und As von P und Ge eingesetzt. Si und As(III) können quantitativ aus HF-haltigen Medien abdestilliert werden, während Ge und P im Rückstand verbleiben. Die Störung von P auf die Ge-Bestimmung kann durch die Bildung eines farblosen Molybdodiphosphats ($\text{P}_2\text{Mo}_5\text{O}_{23}^{6-}$) beseitigt werden. Ge wird dann spektralphotometrisch als Heteropolymolybdat bestimmt. Anschließend werden Ge und P gemeinsam gravimetrisch durch Fällung als Chinolin-12-heteropolymolybdate bestimmt. Aus der Differenz der zwei Werte kann die P-Konzentration bestimmt werden. — *Analyst* **112**, 1007–1009 (1987). Dept. Quim. Anal. Univ., Alicante (E)
R.H.S.

Fourier-transform infrared photoacoustic spectroscopy of zeolites. J. Philippaerts, E.F. Vansant, G. Peeters and E. Vanderheyden.

Es wird gezeigt, daß photoakustische Detektion eine wertvolle Hilfe bei der Gewinnung von IR-Daten sein kann, wenn es sich um Material handelt, das sehr schwierig probezunehmen ist. So wurden Modifikationsreaktionen von Zeoliten vom H-Mordenit-Typ, einem stark streuenden Material, mit dieser Technik und mit Gasadsorptionsversuchen untersucht. Ein Mechanismus der Reaktionen zwischen den Borangruppen im Innern der Mordenitkanäle und Amininen bei verschiedenen Temperaturen wird auf Grund der Meßergebnisse (Nicolet 5-DXB FTIR-Spektrometer und MTEC-100 photoakustischer Detektor) vorgeschlagen. — *Anal. Chim. Acta* **195**, 237–246 (1987). Dept. Chem., Univ., Antwerpen (B)
W. Czysz

Micro and surface analysis with fast heavy ions. E.A. Schweikert, W.R. Summers, M.U.D. Beug-Deeb, P.E. Filpus-Luyckx and L. Quinones.

Als „attraktive“ Methode für die Oberflächencharakterisierung bestimmter fester Stoffe (z. B. Kunststoffe und Glas) eignet sich die Beobachtung der Desorption atomarer und molekularer Species von Oberflächen, die mit schnellen schweren Ionen ($Z \geq 20$; $E \geq 0,5 \text{ MeV/amu}$) beschossen wurden. Man benötigt nur einen Sondenstrahl niedriger Energie, die Austrittstiefe der desorbierenden Species ist gering (ca. 10 Å). Die desorbierten Ionen können wirksam im Flugzeit-Massenspektrometer erfaßt werden. Auf diese Weise bewahrt die Teilchen-induzierte Desorptions-Massenspektrometrie (PDMS) weitgehend die Integrität der Proben und sie vermeidet Ladungseffekte. Für die Oberflächenanalyse von Glas und Kunststoff wird die Bestrahlung mit Cf-252 Spaltprodukten angewendet. Anorganische und organische Oberflächenbestandteile werden gleichzeitig nachgewiesen. Die Massenaufklärung ist gut. Für Lithium in Glas erreichte man eine Nachweisgrenze von etwa 1 pg (ca. 100 µg/g). — *Anal. Chim. Acta* **195**, 163–172 (1987). Center Chem. Charact. and Anal., Dept. Chem., Texas A&M Univ., College Station, TX (USA)
W. Czysz

The determination of cerium on manganese dioxide. Huanchun Zhou.

Verf. beschreibt ein einfaches Verfahren zur Bestimmung von Cer(III) neben großem Überschuß an Mangan. Die Fragestellung ergab sich aus Untersuchungen der Adsorption von Ce(III) an MnO_2 . Man bringt dazu 0,1 g der MnO_2 -Probe mit $>0,05 \text{ mg}$ Cer und 25 ml 1 M HClO_4 in einen gewogenen trockenen Becher (140 ml), erhitzt 3 min zum Sieden, gibt 1,5 ml 1 M $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ zu, erhitzt weitere 7 min unter Rühren zum Sieden und bringt mit Wasser (0,01 g genau) auf ein festgelegtes, bekanntes Gewicht. Man überführt diese Lösung in eine Quarzzone und mißt die Extinktion 30 min nach dem Abkühlen bei 253 nm. Das Beersche Gesetz wird von 0–400 mg/l Ce(III) erfüllt. Für das beschriebene Verfahren liegt der günstigste Bestimmungsbereich bei 0,1–5% Ce(III) neben MnO_2 ; rel. Standardabweichung $\pm 0,02\%$. Bei Cer-Gehalten $<0,1\%$ können längere Zellen (opt. Weglängen), Verminderung des Gesamtvolumens oder Verwendung einer größeren Probemenge zum Ziel führen. — *Anal. Lett.* **20**, 909–914 (1987). Dept. Chem. Univ. Florida, Gainesville, FL (USA)
W. Czysz

A study of the weathering of an historic building. L. Leysen, E. Roekens, Z. Komy and R. van Grieken.

Die chemische Zersetzung des Kalksteins der Kathedrale von Mecheln aus dem 13.–15. Jahrhundert wurde durch verschiedene massen- und oberflächenanalytische Methoden untersucht. Die Verwitterungskruste der Mauern war reich an Sulfat, und zwar unabhängig von der geographischen Orientierung. Nitrat und Chlorid traten nur in untergeordneten Konzentrationen auf. Daraus ziehen die Verf. den Schluß, daß Angriffe durch gasförmige Schwefelverbindungen die Hauptrolle bei der Zerstörung der Steine spielen. Unter dem Elektronenmikroskop war zu erkennen, daß stabförmige Gipskristalle in der Verwitterungskruste vorherrschen. Lasermikrosonden-massenspektrometrische Werte deuten darauf hin, daß Kohlenstoff für die Schwärzung der meisten Krustenproben verantwortlich ist. Die Zusammensetzung der Suspensionen in Schweißwasser der Mauern und in Regenwasser weist deutliche Unterschiede auf. — *Anal. Chim. Acta* **195**, 247–255 (1987). Dept. Chem., Micro and Trace Anal. Center (MITAC), Univ., Antwerpen (B)
W. Czysz

Ion exchange separation of ^{90}Y from ^{90}Sr using ascorbic acid and nitrilotriacetic acid as eluents. N.R. Das.

Ein einfaches Ionenaustauschverfahren zur vollständigen Abtrennung des biomedizinisch wichtigen Radionuklids ^{90}Y aus dem Gleichgewichtsgemisch $^{90}\text{Y}/^{90}\text{Sr}$ wird vorgestellt. Die Abtrennung des ^{90}Y vom Carrier gelingt durch bevorzugte Elution aus einer Kationenaustauscher-Säule (Dowex-50W-X8) mit frisch angesetzter Na-Ascorbatlösung (1%) bei pH 7. Die radiochemische Reinheit des abgetrennten ^{90}Y wird durch Verfolgung der β -Zerfallskurve bestätigt. Der Vorzug der Methode liegt darin, daß der Komplexbildner Ascorbinsäure ebenfalls eine biomedizinisch gebräuchliche Verbindung ist. — *J. Radioanal. Nucl. Chem.* **109**, 413–418 (1987). Nucl. Chem. Div., Saha Inst. Nucl. Physics, Bidhannagar, Calcutta (IND)
B.R. Glutz

A remote system for the separation of ^{228}Th and ^{224}Ra . R.W. Atcher, J.J. Hines and A.M. Friedman.

A system was developed which enables the user to separate remotely ^{228}Th from its daughters using a hot cell. The thorium is adsorbed on an anion exchange resin and the daughters elute through the column. The radium and its daughters can then be loaded on a generator outside of the hot cell. The radium is obtained quantitatively with virtually no breakthrough of the thorium parent. Subsequent to the separation, the thorium can be recovered quantitatively from the column. — *J. Radioanal. Nucl. Chem. Lett.* **117**, 155–162 (1987). Radiat. Oncol. Branch, Nat. Cancer Inst., Bethesda, MD (USA)

Rapid separation of thorium-234 from uranyl nitrate by adsorption on filter paper from ether solution. A. Alian, M. Khaliquzzaman and M.M. Nofal.

A simple method, based on selective dissolution of uranyl nitrate by diethyl ether on a filter paper, was developed for rapid separation of ^{234}Th (UX1) from uranyl nitrate hexahydrate. Almost all the UX1 was adsorbed by the filter paper and it could be desorbed and brought into soln. by treatment with 5 N HCl or HNO_3 . For preparation of UX1 50 g of uranyl nitrate hexahydrate was placed on a Whatman No. 1 filter paper, 11 cm diam., lacated at the bottom of a glass beaker. Diethyl ether (100 ml) was added, the beaker was covered, and agitated until complete dissolution was obtained. The ether layer was removed and the filter paper was washed 4–5 times with 10 ml portions of ether until the yellow colour disappeared. The filter paper was agitated for 1 min with 15 ml of 4–5 N HCl or HNO_3 , and the desorption process was repeated with 5 ml of acid. The combined soln. gave 20 ml of stock Th tracer soln. which contained >95% of the total activity of UX1 in equilibrium with 50 g of $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. — *J. Radioanal. Nucl. Chem., Lett.* **108**, 317–326 (1986). Fac. Sci., Univ. Garyounis, Benghazi (Libya) C.K. Laird

A wet chemical method for the estimation of carbon in uranium carbides. V. Chandramouli, R.B. Yadav and P.R. Vasudeva Rao.

Zur Bestimmung des Kohlenstoffs in Urancarbiden wird ein naßchemisches Verfahren beschrieben. Es basiert auf der Oxidation von C mit einer gesätt. Lösung von Natriumdichromat in 9 M Schwefelsäure, Absorption des gebildeten CO_2 in einem genau bekannten Überschuß an Bariumhydroxidlösung und Rücktitration des Überschusses an $\text{Ba}(\text{OH})_2$ mit Kaliumhydrogenphthalat-Maßlösung. Der bei diesem Verfahren bestimmte C-Gehalt stimmt gut mit dem überein, der durch Verbrennen + Titration gefunden wurde. — *Talanta* **34**, 807–809 (1987). Radiochem. Program, Indira Gandhi Centre Atom. Res., Kalpakkam (IND)

W. Czysz

Determination of nitrogen in UO_2 by Kjeldahl spectrophotometry. G.H. Rizvi and P.R. Natrajan.

Sintered UO_2 was pulverised and weighed amounts of 1 g were dissolved by refluxing for 2 h at 300°C with 5 ml of 60% HClO_4 and 2 ml of 30% H_2O_2 . The soln. was made highly alkaline by addition of 50 ml of 50% NaOH and N was removed by steam distillation with 300 mg of Zn granules. Approx. 45 ml of distillate was collected in 20 min in a flask containing 10 ml of 0.018 M H_2SO_4 . The distillate soln. was made up to 20 ml and aliquots containing 1–10 μg of N were analysed by formation of indophenol blue and absorbance measurement at 630 nm. Nitrogen was determined in the range 10–60 ppm with relative standard deviations better than 10%. — *J. Radioanal. Nucl. Chem., Art.* **102**, 515–523 (1986). Bhabha Atomic Res. Cent., Trombay, Bombay (IND) C.K. Laird

Determination of mg amounts of Pu in dry samples. F. Sus, J. Krtil, V. Kuvik and J. Moravec.

Plutonium was determined by isotope dilution mass spectrometry with use of a soln. of NBS-Pu-949f standard reference material in 3 M HCl as the spike. The dry sample (containing ≈ 4 mg of Pu) plus spike soln. was dissolved in 0.5 ml 7 M HNO_3 + 0.05 M HF, evaporated to dryness, and isotope exchange was effected by a cycle of reduction with $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ followed by oxidation with NaNO_3 . Pu was separated from the soln. by TTA extraction, and reextracted into 3 ml of 8 M HNO_3 for mass spectrometric measurements. The isotopic composition was measured with a MAT 261 mass spectrometer, equipped with a double filament source to allow the processes of evaporation and ioniza-

tion to be carried out separately. The average error for determination of 4 mg of Pu was <0.1%. — *J. Radioanal. Nucl. Chem., Lett.* **108**, 191–202 (1986). The Nucl. Res. Inst., Rez (CS) C.K. Laird

Investigations into the characteristics of irradiated zircaloy cladding material in connection with reactor operation and spent fuel reprocessing. T. Bereznaï, M. Ellinger and R. Würtz.

Zur Überwachung und Verbesserung der Leistung von Kernbrennstoffladungen wird die Resorption von Gasen (O_2 , N_2 und H_2) im Zircaloy-Ummantelungsmaterial bestimmt. Dazu wurden Gas-Chromatographie in Verbindung mit Massenspektrometrie und heißer Vakuum-schmelze eingesetzt. Abweichungen von den Anfangskonzentrationen in dem als „fabrikfrisch“ deklarierten Material sind wichtig zur Beurteilung der Korrosion des Ummantelungsmaterials. Die sehr umfangreichen Untersuchungen werden genau beschrieben. Für bestimmte Erscheinungen werden Erklärungen vorgeschlagen. — *Anal. Chim. Acta* **195**, 225–235 (1987). Kraftwerk Union AG, D-8757 Karlstein. W. Czysz

Speciation and analysis of corrosion products in the primary coolant of pressurized water reactors. A. Raymond, A. de Murcia and S. Dhainaut.

Das beschriebene Verfahren umfaßt die separate Probenahme und Bestimmung von unlöslichen, kationischen und anionischen Species von Korrosionsprodukten (Fe, Ni, Cr, Mn, Co, Zn, Cu) im Primär-Kühlwasser von Druckwasser-Reaktoren mit Konzentrationen an Bor von 0–2000 mg/l und Lithium von 0–5 mg/l. Die Wasserproben (0,2–1 l) werden durch Filterpackungen gedrückt, die aus je einer Schicht 0,45 μm -Filterpapier, Kationenaustauschermembran (Whatman SA-2) und Anionenaustauschermembran (Whatman SB-2) bestehen. Die Membranen werden danach mittels wellenlängendispersiver Röntgenspektrometrie untersucht. Die Selektion der Membranen sowie der Einfluß der B- und Li-Konzentrationen (und des pH) auf die Retention der löslichen Species werden diskutiert. Werte werden in einer Tabelle angegeben. — *Anal. Chim. Acta* **195**, 265–273 (1987). Centre d'Etudes Nucl. de Cadarache, Saint Paul lez Durance (F) W. Czysz

Rapid and sensitive method for the determination of aluminium in ^{99}Mo - $^{99\text{m}}\text{Tc}$ generator eluates. T.N. Van der Walt and P.J. Fourie.

Microgram amounts of Al in the eluates of $^{99\text{m}}\text{Tc}$ generators were determined spectrophotometrically without separation by complex formation with Eriochrome cyanine R (ECC) in the presence of hexadecylpyridinium chloride (HDPC) as bathochromic reagent at pH 7.3 (ethylenediamine buffer). Maximum absorbances were found at 615 nm with ECC:HDPC ratio 1:3. For rapid analysis visual comparison with standard solns. could be used to determine whether the Al content was greater than, equal to, or less than a specified value. — *Appl. Radiat. Isot.* **38**, 74–76 (1987). Isotope Prod. Cent., Atomic Energy Corp., Pretoria (ZA) C.K. Laird

Possible radiochemical separations of anionic radionuclides by amorphous hydrous titanium dioxide. M. Tsuji and M. Abe.

The ion-exchange selectivities of amorphous hydrous titanium dioxide (Am-HTDO) toward halide ions and oxoanions were investigated as functions of pH and concentration. HTDO showed a high selectivity for F^- ions, and low selectivity for Br^- and Cl^- . The apparent capacity for F^- was 3.4 meq/g at pH 6.8 and at this pH no uptake of Br^- and Cl^- was observed. The selectivity series was $\text{Mo(VI)} < \text{W(VI)} < \text{P(V)} < \text{As(V)} < \text{Sb(V)}$ for microamounts at pH 9. Based on this results, possible applications to radiochemical separations are suggested, including separation of ^{32}P by $^{35}\text{Cl}(\text{n},\alpha)^{32}\text{P}$, ^{77}Br by $^{75}\text{As}(\alpha,2\text{n})^{77}\text{Br}$ and selective removal of anionic radionuclides such as $^{187,189}\text{W(VI)}$ and ^{124}Sb . — *J. Radioanal. Nucl. Chem., Art.* **102**, 283–294 (1986). Dept. Chem., Fac. Sci., Tokyo Inst. Technol., Ookayama, Meguro-ku, Tokyo (J) C.K. Laird

Determination of nitrate in thorium, uranium and plutonium solutions. G.M. Nair and P.C. Kumar.

Potentiometric and conductometric titration methods were developed for determination of NO_3^- in the ranges 2–10 mg and 15–30 mg, respectively, in Th, U and Pu soln. The potentiometric method was based on the reaction between NO_3^- and Fe(II) in 6–8 M H_2SO_4 . Excess Fe(II) after reaction with NO_3^- was titrated with $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ to a

potentiometric end point. The conductometric method was based on the change in conductivity of the soln. as a result of precipitation of NO_3^- as $\text{Ag}(\text{Phen})_2\text{NO}_3$ on addition of $\text{Ag}(\text{Phen})_2$ acetate (0.1 M soln. in 40% ethanol) to the sample soln. (Phen = 1.10-phenanthroline). The precision and accuracy of both methods was better than 2% compared to the Devarda's alloy reduction method. The method were used for routine analysis of NO_3^- in Th, U and Pu soln. used for preparation of oxide and mixed oxide microspheres by the sol-gel technique. — J. Radioanal. Nucl. Chem., Art. **109**, 223–228 (1987). Radiochem. Div., Bhabha Atomic Res. Cent., Trombay, Bombay (IND) C.K. Laird

The separation and determination of borate and carbonate in hydrometallurgical process solutions by ion-exclusion chromatography. A. Cameron and c. Pohlandt-Watson.

Carbonat und Borat werden in hydrometallurgischen Prozeßlösungen, in sonstigen Wässern und Effluaten durch Ionenausschluß-Chromatographie bestimmt. Man arbeitet in einem Ionen-Chromatographen (Dionex 2010j) mit einer Dionex Ionenausschluß-Separatorsäule (HPICE-AS1). Bei alleiniger Bestimmung von Carbonat eluiert man mit dest. Wasser, bei der Bestimmung von Carbonat und Borat nebeneinander mit einer 50 mM Mannitollösung. Der lineare Arbeitsbereich der Carbonatbestimmung liegt zwischen 1 und 10 mg/l, in den Gemischen zwischen 1 und 20 mg/l Carbonat bzw. 0,5 bis 5 mg/l Borat. Das Verfahren ist schneller (15 min je Analyse) und genauer als die klassischen Methoden, auch weniger stör anfällig. Zur Probenvorbereitung ist lediglich eine Verdünnung erforderlich. — MINTEK Report No. M284 (1986). Council Mineral Technol., Randburg (ZA) W. Czysz

Determination of nine elements in aqueous oxidation solutions of lead-removed residue of lead concentrate by ICP-AES. K. Yamada, O. Kurirai, M. Kohri, K. Ide and H. Okochi.

Reaction solutions (sample solutions) of lead-removed residue of lead concentrate which were oxidized by potassium permanganate in hydrochloric acid solution were analyzed by ICP-AES using internal standard method. The sample solutions contain widely varying concentrations of S, Fe, Mn, Zn, Cu, Pb, Al, Mg, Si, K and Na. The sample solutions were prepared in 2- and 10-fold dilute solutions. Calibration and synthetic sample solutions (2- and 10-fold dilutions) were matrix-matched for the sample solutions. Satisfactory accuracy and precision were obtained for the 9 elements except for sodium and potassium using 10- and 2-fold dilute solutions of the synthetic sample solutions. — Bunseki Kagaku **36**, T67–T71 (1987) (Japanisch, mit engl. Zus.fass.). Nat. Res. Inst. Metals, Meguro-ku, Tokyo (J)

A plasticized ion-selective electrode for determining zinc in cyanide solutions. A.A. Kareiva, R.M. Kazlauskas, E.N. Avdeeva and O.M. Petrukhin.

Zn(II) kann in Cyanidlösungen mit Hilfe einer mit Polyvinylchlorid/Dibutylphthalat plastifizierten gegen $\text{Zn}(\text{CN})_4^{2-}$ empfindlichen ionenselektiven Elektrode (ISE) bestimmt werden. Die Membran dieser ISE enthält $\text{Zn}(\text{CN})_4^{2-}$ /Tetradecylphosphonium-Ionenassoziat (Herstellung s. Original). Die genannte ISE kann zur Zn-Bestimmung im Konzentrationsbereich $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-4}$ mol Zn/l bei pH 8,5–10 eingesetzt werden; ihre Elektrodenfunktion entspricht der Nernstgleichung für zweiwertiges Zn(II)-Ion. Die meisten Anionen stören dabei nicht. Die beschriebene ISE wurde zur Zn-Bestimmung in Verzinkungslösungen verwendet; sie ist ein Jahr beständig. — Zh. Anal. Khim. **42**, 469–472 (1987) (Russisch, mit engl. Zus.fass.). Kapsukas Univ., Vilnius (SU) F. Jancik

Analysis of fluoroboric acid in chromic acid solutions by non-suppressed ion chromatography. B.E. Andrew.

The determination of fluoroborate ion by ion chromatography was studied. Three columns were studied, an Extech C8 reverse-phase column, a Dionex AS-5 column and a Hamilton PRPX100 column. The Hamilton column was most suitable for resolving fluoroborate and chromate, but fluoroborate and fluoride co-eluted. UV detection at 280–285 nm was used. It was established that analysis of fluoroborate in chromic acid required control of pH and total column load to prevent dissociation of fluoroborate and to obtain valid analyses. Even standard addition methods could give misleading results without such controls.

The use of minimum volume injection loops and freshly prepared dilutions of working solns. is recommended. — J. High Resolut. Chromatogr. **10**, 211–212 (1987). B.H.P. Steel Int., Coated Products Div., Hastings, Vict. (AUS) C.K. Laird

2.2 Organische industrielle Chemie

Application of the coherent-to-incoherent intensity ratio to the measurement of mineral matter in coals. L.S. Dale and C.E. Matulis.

Die Beziehungen zwischen der Streuung von Röntgenstrahlen an Kohleproben und ihrer chemischen Zusammensetzungen werden mit Hilfe eines auf dem Konzept des isolierten Atoms gestützten theoretischen Modells (K.P. Champion, J.C. Taylor and R.N. Whittam, Anal. Chem. **38**, 109 (1966)) untersucht. Modellrechnungen dienen zur Einschätzung des Kohärenz-zu-Inkohärenzverhältnisses als Mittel zur Bestimmung des Mineraliengehaltes in Kohlesorten. Der entsprechende Anwendungsbereich wird im Detail besprochen. Das Verfahren wird durch das Modell an 15 gut charakterisierten australischen Kohlesorten [A.C. Knott and P. Warbrooke, Rep. CRL/R/21/83, Broken Hill Proprietary Co. Ltd. (1983)] theoretisch gestützt. Mit einem relativ einfachen Eichverfahren stimmen die gemessenen Mineralwerte mit denen zweier Standardproben zu 7,6% rms überein. — X-Ray Spectrom. **16**, 113–121 (1987). CSIRO Div. Energy Chem., Lucas Heights Res. Lab., Lucas Heights (AUS) F.T. Bartsch

The determination of gallium in carbonaceous materials by atomic-absorption spectrometry. G.D. Marshall.

Zur Bestimmung niedriger Konzentrationen von Gallium in kohlenstoffhaltigem Material (Kohle und kohlehaltige Mineralien) wird ein ETA-AAS-Verfahren entwickelt. Die Proben werden zunächst mit einem Gemisch aus HF, HNO_3 und HClO_4 durch Erhitzen auf 200°C im Platintiegel und Abrauchen bis zum völligen Verschwinden erkennbaren Kohlenstoffs aufgeschlossen. Dann wird eine wäßrig-salpetersaure, verdünnte Meßlösung hergestellt, der, falls später durch Flammen-AAS bestimmt werden soll, 2 g/l Lanthan zugegeben werden. Die verdünnte Lösung wird zur Abtrennung des Ga über einen stark sauren sulfonierten Polystyrol-Kationenaustauscher (AG 50W-X4, mit 7 M HCl äquilibriert) gegeben. Gallium wird mit drei 25 ml-Portionen 3 M HCl eluiert. Bei der anschließenden Bestimmung durch ETA-AAS wird bei 2600°C atomisiert. Die Messung erfolgt bei 287,42 nm. Arbeitsbereich: 0,5–50 µg/l Ga. Für die Flammen-AAS mit $\text{N}_2\text{O-C}_2\text{H}_2$ -Flamme liegt der Arbeitsbereich bei 1–100 mg/l. Ergebnisse in Tabellen. — MINTEK Report No. M276. Council Mineral Technol., Randburg (ZA) W. Czysz

Determination of selenium and tellurium in coal by graphite furnace atomic absorption spectrometry after coprecipitation with arsenic. I.H. Woo, K. Watanabe, Y. Hashimoto and Y.K. Lee.

Vor der eigentlichen Bestimmung von Se und Te in Kohle und Kohleasche mit Graphitofen-AAS werden die beiden Elemente aus den durch zweifaches Digerieren entstandenen Probelösungen als Co-Füllung mit einem As(III)-Träger abgetrennt, um Störungen durch Fe und Al zu vermeiden. Da die Absorptionen von Se und Te bei 106,0 bzw. 214,3 nm in den anschließenden AAS-Messungen von den As(III)-Konzentrationen beeinflusst werden, wie Eichmessungen zeigen, sind diese Konzentrationen in den Endprobelösungen konstant zu halten. In den Bezugsmaterialien NBS SRM 1632a (Kohle) und NBS SRM 1633a (Kohleflugasche) stimmen die ermittelten Se-Werte mit den angegebenen überein. Für NBS SRM 1632a betragen die Variationskoeffizienten 12% für Se und 24% für Te. Die Se-Konzentrationen in 4 australischen und 2 japanischen Kohlesorten reichen von 0,20 bis 1,38 ppm bei einem Mittelwert von 0,51 ppm und die Te-Konzentrationen von 0,037 bis 0,075 ppm bei einem Mittelwert von 0,058 ppm. Relative Standardabweichungen reichen von 6 bis 24%. — Anal. Sci. **3**, 49–52 (1987). Fac. Sci. Techn., Keio Univ., Yokohama (J) F.T. Bartsch