

der Zugabe-Methode, bei der man von gepulvertem Galliumarsenid und Graphit ausging, zu denen man Oxide der betreffenden Elemente hinzufügte.

[1] *Zavodsk. Lab.* **30**, 1459—1463 (1964) [Russisch].

B. TVARONA

Über die Anwendung der Schütt- und Zugabemethode bei der Spektralanalyse von Böden berichten J. GLIŃSKI und A. GRAJPEL [1]. Es wurden Cu, Co und Ni bestimmt. (Spektrograph Hilger E 478 mit Quarzoptik, Spaltbreite 0,02 mm, Einlinsenbeleuchtung, Anregung im aktiviertem Wechselstrombogen, Graphit-elektroden, Elektrodenabstand 6 mm.) Die pulverisierten Proben wurden aus einem gläsernen Vorratsbehälter mit einem elektromagnetischen Vibrator in die Analysenstrecke geschüttet. Analytische Linienpaare: Cu 3274—Ag 3280, Co 3453—Pd 3421, Ni 3414—Pd 3421 Å. Expositionszeit für Cu 10 sec, für Ni und Co 20 sec. Die Variationskoeffizienten der einzelnen Bestimmung (bei 8 Bestimmungen) betragen für Cu 6,4%, für Co 10,4% und für Ni 8,5%. Die Fehler übersteigen 30% nicht.

[1] *Chem. Anal. (Warsaw)* **10**, 681—686 (1965) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.)
Lehrst. Bodenkunde, Höhere Agrarschule, Lublin (Polen).

J. MALINOWSKI

Über die Bestimmung des Kaliumgehaltes in Böden durch zerstörungsfreie Aktivierungsanalyse berichten CHUNG-HUEI KE, CHING-YÜ LIAO und HWA-SHENG CHENG [1]. Die Methode basiert darauf, daß die Probe direkt mit Neutronen bestrahlt wird und danach die 1,99 MeV bzw. 3,55 MeV β -Strahlung des über die Reaktion $^{41}\text{K}(n,\gamma)^{42}\text{K}$ gebildeten ^{42}K ($t_{1/2} = 12,46$ Std) gemessen wird (Verfahren nach WINCHESTER [2]). Um das mitgebildete ^{24}Na ($t_{1/2} = 14,97$ Std, $E_{\beta} = 1,394$ MeV) nicht zu messen, wird die Meßprobe mit einer Al-Folie von 800 mg cm^{-2} bedeckt. Zur Eliminierung des γ -Anteils an der Zählrate wird die Probe einmal mit dieser 800 mg cm^{-2} -Folie und ein zweites Mal mit einer 2000 mg cm^{-2} -Folie, die auch die β -Strahlen des ^{42}K absorbiert, gemessen. Da die γ -Quanten des ^{24}Na und des ^{42}K beide Folien praktisch ohne Schwächung durchdringen, ist die Differenz beider Zählraten ein direktes Maß für die β -Aktivität des ^{42}K und kann daher zur K-Bestimmung der Meßprobe herangezogen werden. — *Verfahren.* Die zu untersuchende Probe von ca. 30 mg wird in einem Polyäthylenbeutel 15 min lang im Tsing Hua Open-Pool-Reactor bei $2 \cdot 10^{12}$ n/ $\text{cm}^2 \cdot \text{sec}$ bestrahlt. Nach einer Abklingzeit von einem Tag wird die Probe, wie angegeben, ausgezählt. Die Genauigkeit des Verfahrens ist weitgehend durch die Statistik der β -Zählung bedingt, da eine Folie mit 800 mg Al/ cm^2 nur 4% der β -Strahlung mit $E_{\beta\text{max}} = 3,6$ MeV durchläßt. Das bedeutet bei einem Gehalt von 0,1% K in der 30 mg Bestrahlungsprobe eine effektive Zählrate von 40 ipm, die zumindest in derselben Größenordnung wie die Nullrate der zur Messung verwendeten Geiger-Müller-Zählordnung liegt. Daher sind die erhaltenen Werte auch sehr unterschiedlich. Bei einer Meßreihe stimmen flammenspektrometrisch und aktivierungsanalytisch erhaltene K-Werte gut überein, bei einer anderen Meßreihe wurden für die aktivierungsanalytisch ermittelten K-Gehalte bis zu 50% höhere Werte gefunden. Störend wirken höhere Gehalte des Bodens an Eu, Pr und W, so daß sich das beschriebene Verfahren nicht ohne weiteres auch auf Mineralien ausdehnen läßt.

[1] *J. Chim. Chem. Soc., Ser. 2*, **11**, 193—201 (1964). National Tsing Hua Univ., Hsinchu (Taiwan). — [2] WINCHESTER, J. W.: *Anal. Chem.* **33**, 1007 (1961); vgl. diese Z. **189**, 446 (1962).

C. KELLER

Der Nachweis von Triazin-Herbiciden in Boden und Wasser mit Hilfe der Dünnschichtchromatographie wird von D. C. ABBOTT, J. A. BUNTING und J. THOMSON [1] beschrieben. — *Arbeitsweise.* Eine Wasserprobe von 200 ml wird mit Ammoniak auf pH 9 gebracht und 2mal mit je 25 ml CH_2Cl_2 ausgeschüttelt. Die

Lösung wird durch eine kurze Na_2SO_4 -Säule gegeben und im Kuderna-Danish-Verdampfer (KDV) eingengt. — Die Bodenprobe wird nach Entfernung größerer Steine im Mörser verrieben. 20 g der Bodenprobe werden mit 1 ml Ammoniak (D 0,88) versetzt und dreimal mit je 50 ml Äther ausgeschüttelt. Anschließend gibt man die Extraktionslösung über Na_2SO_4 und dampft im KDV auf etwa 1 ml ein. Mit 10 ml Aceton wird der Rückstand in einen Scheidetrichter übergeführt, mit 200 ml 0,1 n Salzsäure versetzt, 2 mal mit je 25 ml Äther ausgeschüttelt und die Extraktionslösung verworfen. Durch Zugabe von Ammoniak wird auf alkalische Reaktion eingestellt, 2 mal mit je 25 ml CH_2Cl_2 extrahiert und dann im KDV zur Trockne eingengt. Den Rückstand nimmt man in 50 μl Hexan auf. Ein aliquoter Teil wird auf Kieselgel G-Platten aufgetragen und 35 min mit CHCl_3 -Aceton (9 + 1) chromatographiert. Als Sprühreagens dient eine 0,5%ige Brilliantgrünlösung in Aceton; zur Sichtbarmachung der Flecke wird die Platte Br_2 -Dämpfen ausgesetzt. Die Flecke werden umrandet und ihre Fläche bestimmt. Zur quantitativen Bestimmung wird eine Eichkurve aufgestellt, indem man die Logarithmen der aufgetragenen Herbicidmengen zu den Quadratwurzeln der entsprechenden Flächen der Flecke in Beziehung setzt; im Bereich von 1–10 μg wurde Linearität erhalten. Bei Zusatzversuchen werden zwischen 72 und 100% der vorgegebenen Triazinmengen wiedergefunden.

[1] *Analyst* **90**, 356–361 (1965). Ministry Technol. Lab. Government Chemist, Cornwall House, Stamford Street, London (Großbritannien). K. WÜNSCHER

Organische Säuren in Pflanzengewebe sind von D. T. CANVIN [1] durch *Gaschromatographie ihrer Methylester* bestimmt worden. — *Ausführung.* Die Probe wird mit heißem 80%igem Äthanol (angesäuert mit Ameisensäure) nach D. H. MACLENNAN, H. BEEVERS und J. L. HARLEY [2] homogenisiert oder mit Sand im gleichen Lösungsmittel gemahlen und der Brei nacheinander mit 40%igem und 80%igem Äthanol extrahiert. Die eingedampften Extrakte werden nacheinander mit Äther und Wasser (zur Abtrennung der Lipide) extrahiert, aus dem wäßrigen Extrakt die organischen Säuren über Ionenaustauscher [3] abgetrennt und nach Eindampfen in Äther-Methanol (9:1) gelöst. Zur Veresterung mischt man diese Lösung mit einer frisch bereiteten ätherischen Diazomethanolösung (siehe H. K. MANGOLD [4]), dampft das Gemisch ein und löst die erhaltenen Ester in Methanol. — Die Chromatographie erfolgt in einem Aerograph A-90-P 2-Gerät, das mit einer Kupfersäule (37,5 cm lang, 6 mm \varnothing) und Wärmeleitfähigkeitsdetektor ausgerüstet ist. Die Säulenfüllung besteht aus Chromosorb W, das mit 10% Reoplex 400, in Chloroform gelöst, imprägniert, auf 60–80 mesh abgesiebt und über Nacht bei 100°C getrocknet wird. Die Äquilibrierung erfolgt bei 150°C über Nacht und mit einem Heliumstrom von 10 ml/min. Dann werden die Injektionskammern auf 180°C, der Detektor auf 212°C und die Säule auf 55°C temperiert. Nach der Injektion der Esterlösung wird die Säulentemperatur mit 4°C/min-Steigerung bis 175°C programmiert und der Heliumstrom auf 100 ml/min erhöht. Unter diesen Bedingungen werden *Milch-, Glykol-, Oxal-, Malon-, Bernstein-, Äpfel-, Aconit-, Wein-, Citronen-, Isocitronen- und Fumarsäureester* eindeutig voneinander getrennt. Jedoch muß für jede Säure die Steilheit der Eichkurve bestimmt werden.

[1] *Canad. J. Biochem.* **43**, 1281–1287 (1965). Dept. Plant Sci., Univ. Manitoba, Winnipeg, Manitoba (Canada). — [2] *Biochem. J.* **89**, 316 (1963). — [3] CANVIN, D. T., and H. BEEVERS: *J. Biol. Chem.* **236**, 988 (1960). — [4] *J. Am. Oil Chemists' Soc.* **38**, 708 (1961). A. NIEMANN

Über Studien zum Nachweis von Isothiocyanaten und Vinyl-Oxazolidinethion in Rapssamen und weißen Rüben berichten L.-Å. APPELQVIST und E. JOSEFS-