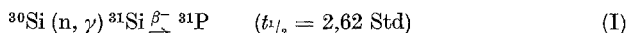
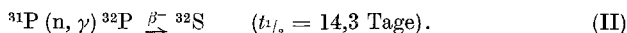


0,004 ppm. Zu beachten ist bei der Bestrahlung von Si, daß das seltene Isotop ^{30}Si folgende Reaktionen eingeht:



und



Der Phosphorwert wird daher stets zu hoch ausfallen und muß deshalb korrigiert werden. Dies kann durch Berechnung der auf Grund der Reaktionen I und II auftretenden ^{31}P -Konzentration $C_{^{31}\text{P}}$ geschehen, für die gilt:

$$C_{^{31}\text{P}} = \frac{6\varphi \cdot \sigma \cdot T \cdot 10^5}{0,69 N} \left\{ \frac{0,69 T_0}{(1 - \exp[-0,69 T_0/T]) \cdot T} - 1 \right\};$$

wobei φ = Neutronenfluß in Neutronen je cm^2/sec , σ = (n, γ) -Querschnitt für ^{30}Si in barns (10^{-24} cm^2), T = Halbwertszeit von ^{32}P in Sekunden, T_0 = Bestrahlungsdauer in Sekunden und N = LOSCHMIDTSche Zahl sind.

F. WEIGEL

Die Bestimmung von Antimon, Blei und Zinn in Letternmetall durch *innere Elektrolyse* beschreiben P. IPPOLITI und E. SCARANO¹. Es wird die bereits beschriebene Apparatur² benutzt. Platten aus Zinn und Blei sowie Aluminiumzylinder dienen als Anoden, Kathode ist stets ein Pt-Zylindernetz. Die Anodenflüssigkeit besteht aus 0,15 n Salzsäure, die 1 m an NaCl ist. Als poröse Gefäße eignen sich CHAMBERLAND-Kerzen 1 F-N. P., Typ L 7. — *Arbeitsweise*. Etwa 20 mg der Metallspäne versetzt man mit 20 ml konz. Salzsäure. Nach dem Aufhören der Gasentwicklung (wobei Sn und Pb in Lösung gehen und Sb zurückbleibt) gibt man etwas KClO_3 zu, worauf sich auch Sb auflöst. Zur Lösung fügt man etwas Wasser, Hydroxylaminhydrochlorid bis zum Verschwinden des Chlors und noch einen kleinen Überschuß sowie 30 mg in heißem Wasser gelöste Gelatine. Das Endvolumen muß 80–100 ml betragen. Nun scheidet man mit Sn als Anode (zuerst 15 min bei Raumtemperatur, dann 1 Std bei 60–70° C) das Sb ab. Danach gibt man in die verbleibende Lösung KClO_3 , erhitzt auf unterhalb 70° C bis zur Cl_2 -Entwicklung und bleibenden Gelbfärbung, läßt abkühlen, versetzt mit 5 g Weinsäure, festem NaOH bis zum Verschwinden der Gelbfärbung, einigen Tropfen Methyroltlösung und wieder mit NaOH bis zum Umschlag und mit 2 g Überschuß. Die Lösung soll 12–14 g NaOH enthalten. Dann gibt man Eisessig bis zum Umschlag und 1 ml Überschuß (insgesamt 6 ml) zu, versetzt mit einer Menge salzsaurer Cd-Standardlösung, die etwa 15 mg Cd entspricht (Endvolumen der Lösung 150–180 ml) und scheidet Pb und Cd gemeinsam, mit Al als Anode, ab. Die Abscheidung dauert 75 min; bei einer Anfangstemperatur von 50° C bringt man innerhalb der ersten 15 min zum Sieden, läßt 50 min kochen und dann abkühlen. Von der Auswaage ist die zugesetzte Cd-Menge abzuziehen. Für die Zinnbestimmung löst man eine zweite Einwaage von 50 mg auf, scheidet wie oben beschrieben (jedoch mittels einer Pb-Anode) das Antimon ab, beseitigt mit einer Al-Anode das Blei (einschließlich der in die anodische Zone gewanderten Anteile) und beginnt dann sofort die Abscheidung des Zinns. Hierzu kühlt man auf 50° C ab, gibt 20 ml konz. Salzsäure hinzu (das Gesamtvolumen soll 200 ml betragen) und versieht mit einer frischen Pt-Kathode. Die Abscheidung dauert 1 Std (in 15 min steigert man die Temperatur von 50° C auf etwas unter 70° C und hält dabei für 45 min). — Der mittlere Fehler der Bestimmungen ist bei Einwaagen von 20 mg kleiner als 1%, bei solchen von 50 mg kleiner als 0,4%.

H. FREYTAG

¹ Ann. Chimica **45**, 492–501 (1955). Univ. Rom.

² Vgl. GIORDANI, M., P. IPPOLITI und E. SCARANO: Ricerca sci. **11**, 2316 (1954).