

Zur schnellen und einfachen Berylliumoxydbestimmung in metallischem Beryllium lösen A. R. EBERLE und M. W. LERNER¹ das Metallpulver bzw. die Metallspäne in einer frisch bereiteten Brom-Methanol-Lösung und bestimmen das Beryllium photometrisch mit p-Nitrobenzolzao-orcin aus dem mit Salzsäure-Methanol behandelten oxydischen Rückstand nach dessen Lösung mit konz. Schwefelsäure. Da die Löslichkeit des Berylliumoxyds in methanolischer Brom-Lösung von der Temperatur, bei der es gebildet wird, abhängt, muß z.B. elektrolytisch erzeugtes Beryllium vorher 30 min in einer Heliumatmosphäre auf 600° C erhitzt werden. Dadurch wird die Löslichkeit des Berylliumoxyds wesentlich herabgesetzt. Vergleichende Untersuchungen mit dem Chlorierungsverfahren zeigen eine gute Übereinstimmung, wobei die Werte nach der Brom-Methanolmethode weniger schwanken. Aus diesem Grunde sind die Autoren auch der Meinung, daß etwa vorhandenes Berylliumcarbid nicht stört.

¹ Metallurgia (Manchester) 59, 49—52 (1959). Atomic Energy Commission, New Brunswick, N. J. (USA). H. MALISSA

Zur gleichzeitigen polarographischen Bestimmung von Kupfer und Eisen in Aluminium und seinen Legierungen löst Y. MIURA¹ die Probe in Natronlauge, fällt die beiden Metalle mit Natriumsulfid-Lösung und löst den Niederschlag mit verd. Salpetersäure, die einige Tropfen Bromwasser enthält, wieder auf. Die polarographische Messung wird bei einem Potential von -0,35 V für Cu und -0,60 V für Fe in einer Lösung durchgeführt, die 0,5 m an Äthylendiamintartrat und 0,1 m an Pyrophosphat ist. Die Bestimmung nimmt 70—80 min in Anspruch; die Werte können einer Eichkurve entnommen werden.

¹ Jap. Analyst 7, 699—702 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Yawata Iron and Steel Co., Ltd. (Japan). G. DENK

Die Bestimmung der Verunreinigungen in reinstem Silicium (für *Siliciumtransistoren*) gelingt nach B. A. THOMPSON, B. M. STRAUSS und M. B. LEBOEUF¹ durch Neutronenaktivierung im MTR-Reaktor Idaho Falls. Die zu bestimmenden Elemente werden in zwei Gruppen eingeteilt. Elemente, die durch die Bestrahlung mit thermischen Neutronen radioaktive Isotope mit Halbwertszeiten bis zu 12 Std ergeben, werden γ -spektrometrisch bestimmt. Dazu wird die Probe 10 min im Reaktor einem thermischen Neutronenfluß von 10^{13} Neutronen/cm² · sec ausgesetzt. Nachdem die Hauptmenge des Siliciums mit einer Mischung von Salpetersäure und Flußsäure abgeraucht ist, wird das γ -Spektrum mit einem Natriumjodid-Scintillationszähler und einem Mehrkanalanalysator aufgenommen. Zur Bestimmung der übrigen Elemente (Halbwertszeit größer als 12 Std) wird die Probe geteilt und beide Hälften werden im Reaktor 24 Std lang einem thermischen Neutronenfluß von $2 \cdot 10^{14}$ Neutronen/cm² · sec ausgesetzt. Jede Hälfte wird dann einem speziellen Trennungsgang unterworfen und die Aktivitäten der einzelnen Niederschläge werden mit einem Geiger-Müller-Zählrohr gemessen, wobei zur Kontrolle des Trennungsganges auch jeweils die Halbwertszeiten bestimmt werden. (Die Trennungsgänge entnehme man dem Original.) Magnesium und Aluminium, die eigentlich in die erste Gruppe gehören, können γ -spektrometrisch nicht bestimmt werden, da das Matricelement Silicium durch Beschuß mit schnellen Neutronen über die Reaktionen $^{28}\text{Si}(n, p)^{27}\text{Al}$ bzw. $^{30}\text{Si}(n, \alpha)^{27}\text{Mg}$ in angeregte Al- bzw. Mg-Isotope übergeht und damit die ursprünglich enthaltenen kleinen Al- und Mg-Gehalte nicht davon unterschieden werden können. Die Summe der beiden Elemente wird deshalb über die γ -Strahlung des ^{24}Na bestimmt. Bei Beschuß mit schnellen Neutronen sind folgende Reaktionen möglich: $^{27}\text{Al}(n, \alpha)^{24}\text{Na}$ und $^{24}\text{Mg}(n, p)^{24}\text{Na}$. Interferenzen durch vorhandenes Natrium, das durch thermische Neutronen angeregt wird, werden