

möglichst kurz gehalten werden. Durch Zusätze von ^{59}Fe , ^{60}Co und ^{54}Cr zur Ausgangsmischung stellten die Autoren fest, daß von den genannten Isotopen nur sehr geringe Mengen ^{54}Cr mit übergehen. Das beschriebene Verfahren ist zur Gewinnung von trägerfreiem ^{54}Mn aus Fe-Targets geeignet. — *Arbeitsweise.* Eine Mischung aus 5 ml Mn^{II} -Standardlösung, 28 ml 36 n Schwefelsäure, 2 g KJO_4 und Tracer-Lösung wird mit Wasser auf 50 ml verdünnt. 10 ml dieser Lösung werden in einen 50 ml-Destillationskolben überführt. Zur Durchführung von Versuchen mit synthetischen Targets löst man im Destillationskolben 100–1000 mg Fe-Pulver in möglichst wenig Königswasser, dampft fast zur Trockne, nimmt den Rückstand in 5 ml 14 n Salpetersäure auf und dampft nochmals bis fast zur Trockne ein. Man gibt geeignete Mengen Tracer-Lösung, KJO_4 und so viel Schwefelsäure und Wasser zu, daß die Ausgangslösung schließlich 10 m schwefelsauer ist. Während der Kolben in einem Metallbad erhitzt wird, leitet man einen CO_2 -Strom durch die Apparatur. Bei beginnendem Sieden läßt man in dem Maße 40%ige Salpetersäure (mit 10 g KJO_4 auf 100 ml) zutropfen, wie Flüssigkeit aus dem Kolben verdampft. Nach etwa 15 min wird die Destillation unterbrochen und das in einem Becherglas gesammelte Destillat untersucht.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) **26**, 501–505 (1962). Lab. Anal. Chem., Univ. Ghent (Belgien).
D. KLOCKOW

Die Verteilungskoeffizienten von Pertechetat in salpetersaurer Lösung gegen Diäthyläther bestimmt M. ATTREP jr.¹ für Säurekonzentrationen bis 10 n. Der Extraktionskoeffizient steigt von 0,016 bei 0 n bis zu einem Maximum bei 8 n mit 1,267. Bei 10 n findet man 1,098. Die Bestimmung erfolgt durch Extraktion von je 10 ml Pertechetatlösung mit dem jeweiligen Gehalt an Salpetersäure mit 10 ml Diäthyläther. Die organische Phase wird mit dreimal 15 ml Wasser rückextrahiert. Die beiden wäßrigen Lösungen werden auf 100 ml und einen Säuregehalt von 2 n gebracht, mit 3 mg Kupferion als Fällungsträger (carrier) versetzt und gleichzeitig mit Schwefelwasserstoff gefällt. Man filtriert über Glasfaserfilter auf Zehlschälchen aus rostfreiem Stahl und zählt mit einem Geiger-Zählrohr. Die Lage des Maximums wird durch die Bildung eines Oxoniumsalzes erklärt, die bei hoher Wasserstoffionenkonzentration ermöglicht wird.

¹ Analyt. Chemistry **34**, 1349–1350 (1962). Dept. Chem., Univ. Fayetteville, Arkansas (USA).
L. J. OTTENDORFER

Eisen. Nanogramm-Mengen Eisen können nach Angaben von M. FUJIMOTO und Y. NAKATSUKASA¹ mit *Ferron* (7-Jodo-8-hydroxychinolin-5-sulfonsäure) durch Adsorption an stark basischen Ionenaustauscherharzen nachgewiesen werden. — *Durchführung.* Einige Körnchen des eisenfrei gewaschenen luftgetrockneten Ionenaustauschers (Dowex 1-X1 bzw. X2, X4) werden auf der Tüpfelplatte mit 1 Tr. Pufferlösung (pH 2,8) und 1 Tr. 0,05%iger Reagenslösung versetzt. Nach einigen Minuten fügt man 1 Tr. Probeflösung zu. Besonders an den Kanten der Körnchen wird eine grüne bis dunkelgrüne Färbung sichtbar. Wegen der großen Empfindlichkeit des Nachweises bedeckt man die Tüpfelplatte mit einer Glasplatte, um Verunreinigungen durch Staub zu vermeiden. Nach 20 min sind 4 ng, nach 50 min 2 ng Eisen nachweisbar. Die Grenzkonzentrationen betragen 1 bzw. $2 \cdot 10^{-7}$. In einer Tabelle ist der Einfluß von 40 Fremdiionen angegeben. Es stören besonders Kobalt(II), Kupfer(II), Chrom(VI), Uran(VI) und Vanadium(V).

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) **26**, 427–433 (1962). Dept. Chem. Fac. Sci., Univ. Tokio; Dept. Chem., Fac. Arts and Sci., Univ. Chiba (Japan).

L. J. OTTENDORFER

Eine Methode zur selektiven spektrophotometrischen Bestimmung von Eisen mit ÄDTA in Gegenwart von Kobalt, Chrom, Kupfer und Nickel beschreiben B. C. POEDER, G. DEN BOEF und C. E. M. FRANSWA¹. Die Bestimmung beruht auf der Messung der Differenz der Extinktion zweier Lösungen, von denen eine Wasserstoffperoxid enthält, so daß sich der tiefviolette Eisen(III)-NH₃-H₂O₂-ÄDTA-Komplex bildet. Die Messung erfolgt bei 515 nm. — *Durchführung*. Die schwach saure Probelösung, die 0,2–5 mg Eisen enthält, wird mit zweimal soviel ÄDTA versetzt, als zum Komplexieren der anwesenden Metalle erforderlich ist. Sofern Kobalt anwesend ist, oxydiert man durch Zusatz von 0,5 g Natriumnitrit und 1 ml Eisessig und 2 Std langes Erhitzen auf dem Wasserbad. Ist Chrom(III) anwesend, wird die Lösung 30 min auf dem Wasserbad erhitzt. Die Lösung wird auf 25 ml gebracht. Je 10 ml werden in zwei 25 ml-Meßkolben pipettiert und mit 10 ml Ammoniak-Ammoniumchloridpuffer auf pH 10–10,5 gebracht. Der eine Meßkolben wird aufgefüllt und die Lösung in die eine Meßzelle gebracht. In den anderen Meßkolben bringt man 2 ml 30%iges Wasserstoffperoxid, füllt auf, bringt die Lösung in die andere Meßzelle und mißt sofort. Der Eisengehalt wird einer Eichkurve entnommen.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) **27**, 339–344 (1962). Lab. Anal. Chem., Univ. Amsterdam (Holland).
L. J. OTTENDORFER

Die Trennung der Eisen(III)-ionen von anderen Metallionen mit Hilfe der Verteilungschromatographie mit umgekehrten Phasen beschreiben J. S. FRITZ und C. E. HEDRICK¹. Die Säule (1 × 15 cm) ist mit Haloport-F (Polytetrafluoräthylen der Fa. F. & M. Scientific Co., Newcastle, Del.) gefüllt, das mit 2-Octanon als stationärer Phase imprägniert wurde. Mit einer 6–8 m wäßrigen Salzsäure, die mit 2-Octanon gesättigt ist, wird die salzsaure Probe in die Säule gewaschen und das Eisen(III)-ion in der stationären Phase fixiert (gelber Ring). So können 250 µMol Fe^{III} von 250 µMol eines anderen Metallions (24 der am häufigsten vorkommenden Ionen) getrennt werden. Mit 20 ml Methanol, gefolgt von 20 ml Äther wird das Eisen mit der stationären Phase von der Säule eluiert und durch Eindampfen mit 10 ml eines Gemisches aus Perchlorsäure und Salpetersäure (1:1) zurückgewonnen. Die quantitative Bestimmung der Metallionen erfolgt colorimetrisch. Die Abtrennung des Eisens wird nicht gestört durch Phosphat, Fluorid und Citrat. Spuren Fe^{III} können von großen Mengen Cu^{II} und Zn^{II} getrennt werden (Grenzverhältnis 1:1000), umgekehrt auch Ti^{IV}-Spuren von großen Mengen Fe^{III}.

¹ Analyt. Chemistry **34**, 1411–1414 (1962). Inst. Atomic Res., Dept. Chem., Iowa State Univ., Ames, Iowa (USA).
P. THIEME

Die Bestimmung von Hexacyanoferraten in Mikrogramm-Mengen durch eine Imprägnierungsmethode auf Filtrierpapier nach W. KIELCZEWSKI und J. GERA¹ beruht auf der Imprägnierung von Filtrierpapierstreifen mit einem unlöslichen Komplexsalz². Im vorliegenden Falle verwendet man die Verbindung aus Eisen(III)-chlorid und Anthranilsäure, die mit Hexacyanoferrat eine Verbindung bildet, deren Färbung von der des Imprägnierungsmittels verschieden ist. — *Arbeitsweise*. Man trägt auf die vorbereiteten Streifen (s. u.) mit einer 2,8 µl-Mikropipette 25 mm vom Ende der Spitze die zu prüfende Hexacyanoferratlösung auf und trocknet bei etwa 100°C. Dann hängt man die Zungen etwa 3 mm tief in das Elutionsmittel aus 20 ml Äthanol, 4 ml dest. Wasser und 0,4 ml Salzsäure (1,18). Nach 3 Std werden die Streifen bei Zimmertemperatur getrocknet und die entstandenen Berlinerblau-Flecke auf Millimeterpapier planimetriert. Man nimmt den Mittelwert von einigen (z. B. 5) wie unten angegeben behandelten Streifen. Der Flächeninhalt der Flecke in Quadratmillimeter ist im Bereich von 2–8 µg proportional dem Hexacyanoferratgehalt, der mit einer Eichkurve ermittelt wird. Obwohl bei > 8 µg die