

Neue colorimetrische Methode zur Bestimmung von Spuren Bor. D. MONNIER, M. MARCANTONATOS, R. FERAUD und W. HAERDI [1]. Bormengen von 0,065–1,3 μg können in Form des Hämateinkomplexes mit einer Genauigkeit von $\pm 13\%$ (0,065 μg), $\pm 3\%$ (0,32 μg) und $\pm 1\%$ (1,3 μg) colorimetrisch bestimmt werden, indem man die optische Dichte des beim Abdampfen der Borsäurelösung mit Hämatein und Aufnehmen des Rückstandes in Aceton entstehenden Komplexes feststellt. Die molaren Extinktionskoeffizienten betragen 25 600 bei 492 nm und 23 000 bei 505 nm. Man verwendet ein Zeiss-Spektralphotometer-Fluorimeter, Modell M 4 Q III. Beim Eindampfen der Lösungen und Erhitzen des Rückstandes ist die Gegenwart eines Inertgases nicht nötig. Das Bor destilliert man zuerst am besten als Methylborat ab. — *Ausführung.* Man dampft in einem Quarztiegel 0,25 ml einer wäßrigen Lösung, die 0,32–1,3 μg bzw. 0,065–0,32 μg Bor enthält, mit 10 ml einer Lösung aus 0,0190 g bzw. 0,012 g Hämatein in 20 ml Wasser, die mit Aceton auf 1 l ergänzt ist, bei $56 \pm 1^\circ\text{C}$ zur Trockne ein, behält diese Temperatur noch 1 h bei, trocknet den Rückstand dann 15 min in einem Exsiccator über Kieselgel und extrahiert ihn viermal mit je 1 ml Aceton; man ergänzt mit Aceton auf 5 ml, zentrifugiert und mißt die optische Dichte bei 505 nm.

1. Helv. Chim. Acta 46, 1047–1052 (1963). Lab. Chim. Minérale et Anal., Univ. Genf (Schweiz). L. JOHANSEN

Eine voltammetrische Aluminiumbestimmung durch Oxydation seines Solochromviolett RS (SVRS)-Komplexes an der rotierenden pyrolytischen Graphitelektrode geben T. M. FLORENCE, F. J. MILLER und H. E. ZITTEL [1]. SVRS (5'-Sulfo-2'-hydroxybenzozazo-2-naphthol; C. I. 15 670) und ähnliche o-Dihydroxyazofarbstoffe sind in der polarographischen Bestimmung von Al und anderen Metallen bereits bekannt. Freies SVRS und dessen Metallkomplexe haben diskrete Reduktionsstufen; die Metallkonzentration läßt sich direkt aus der Stufenhöhe der Metallkomplexwelle oder aus der Differenz der freien SVRS-Welle ableiten. Die Nachweisgrenze liegt bei 100 ppb Al. Benutzt man die Oxydationsstufen an der rotierenden pyrolytischen Graphitelektrode, kann die Empfindlichkeit gesteigert werden, da die beiden Stufen um 0,35 V auseinanderliegen. Die Elektrode dreht mit 600 U/min; die Arbeitstemperatur beträgt $30 \pm 0,2^\circ\text{C}$ und als Referenzelektrode dient die gesätt. Kalomelektrode. — *Arbeitsweise.* Eine Probe von 3–15 μg Al wird mit Perchlorsäure abgeraucht und in einen 25 ml-Meßkolben gebracht. 2 ml $6,25 \cdot 10^{-4}$ M SVRS-Lösung und 5 ml eines 1 M Essigsäure/Acetatpuffers (pH 4,7) werden zugegeben. Hiernach wird die Strom-Spannungskurve von +0,3 bis +1,1 V aufgenommen. Die Stufe des Metallkomplexes liegt bei +0,88 V, die des freien SVRS bei +0,53 V. Die Abhängigkeit der Halbstufenpotentiale beträgt für den Metallkomplex: $E_{1/2} = +1,050 \text{ bis } 0,038 \cdot \text{pH}$, für das freie SVRS: $E_{1/2} = +0,720 \text{ bis } 0,040 \cdot \text{pH}$. Die Standardabweichungen betragen für ca. 400 ppb Al $\pm 3\%$, für ca. 40 ppb Al $\pm 5\%$, und die Nachweisgrenze liegt bei 10 ppb. Fe^{III} , V^{V} , Ti^{IV} , Co^{II} und Mn^{II} beeinflussen den Metallkomplex von SVRS und stören somit die Bestimmung.

1. Anal. Chem. 38, 1065–1067 (1966). Anal. Chem. Div., Oak Ridge Nat. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA). B. R. GLUTZ

Trennung der Seltenen Erden durch flüssigen Ionenaustausch. V. Dünnschichtchromatographische Trennung von Vielkomponenten-Gemischen der Seltenen Erden. H. HOLZAPFEL, LE VIET LAN und G. WERNER [1]. Das in früheren Mitteilungen beschriebene Trennverfahren wird auf die Verhältnisse der Seltenerd-trennung erweitert, und zwar wird die Schichtdicke verringert und ihre Kapazität erhöht und außerdem zweidimensional eluiert. Die Trennfaktoren wachsen mit steigender