richtiger Auswertung usw. können mit den Fortschritten der Rechnerauswertung auf Größenordnungen reduziert werden, in denen sie für die derzeitigen Anforderungen an die Spurenanalysen kaum noch ins Gewicht fallen.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß vergleichsweise nur wenige Schwierigkeiten aus der Technik der Aktivierungsanalyse entstehen. Die wesentlichen Probleme der Analyse hochreiner Materialien liegen im Erkennen und Beherrschen des besonderen chemischen und physikalischen Verhaltens kleiner Elementmengen in und auf den hochreinen Proben. Zweifellos bietet die Aktivierungsanalyse durch ihre hohen Nachweisempfindlichkeiten, durch die Möglichkeiten der autoradiographischen Ortung und der blindwertfreien Bearbeitung der Proben nach der Aktivierung, noch am ehesten die Voraussetzungen für richtige und deutbare Ergebnisse bei hochempfindlichen Reinststoffanalysen.

Literatur

1. Gebauhr, W., Martin, J.: diese Z. **200**, 266 (1964).
2. Haan, E. F., van der Drift, A., Schampers, P. P. M.: Philips Techn. Rdsch. **25**, 251 (1964).
3. Irving, B. A.: The electrochemistry of semiconductors, p. 256, hrsg. von P. J. Holmes. London-New York: Acad. Press 1962.
4. Kern, W.: RCA Review **31**, 207, 234 (1970); **32**, 64 (1971).
5. Marth, W.: Bestrahlungstechnik an Forschungsreaktoren, S. 39. Thiemig-Taschenbücher, Band 13, 1969.
6. Martin, J.: Semiconductor silicon, S. 547; hrsg. von R. R. Haberecht u. E. L. Kern. New York: The Electrochemical Society, Inc. 1969.
7. Neeb, K. H., Franke, R., Neidl, H.: diese Z. **247**, 225 (1969).
8. Niese, S.: Kernenergie **7**, 105 (1964).
9. Seith, W., Heumann, Th.: Diffusion in Metallen, S. 185. Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer 1955.

J. A. Martin
Radiochemisches Laboratorium der Siemens AG
D-8520 Erlangen, Postfach 325
Bundesrepublik Deutschland

Kurze Mitteilungen

Homogeneous Precipitation of Lead Sulphate from Lead(II)-EDTA Complex by Displacement with Copper(II) and Nickel(II)

Fällung von Bleisulfat aus homogener Lösung
aus dem Blei(II)-ÄDTA-Komplex durch Verdrängung
mit Kupfer(II) oder Nickel(II)

Best. von Blei als Bleisulfat; Gravimetrie; homogene Lösung

J. Rajagopala Rao, A. Suryanarayana, and B. R. Sant
Regional Research Laboratory, Bhubaneswar, Orissa, India

Received October 10, 1972; revised March 12, 1973

In an earlier communication [1], a method for the homogeneous precipitation of lead sulphate through cation release with iron(III) obtained by the slow oxidation of iron(II) was described. The metal-EDTA stability constant values for copper and nickel are only slightly higher than that of lead. A gravimetric method for the determination of lead by cation displacement with copper(II) or nickel(II) has now been worked out.

To a solution containing 5–100 mg lead taken in a 100 ml beaker, 10 ml each of 5% EDTA and 0.1 M ammonium sulphate are added in the same order and the pH adjusted to 1.0 in the case of copper(II) or 2.0 in the case of nickel(II). The solution is diluted to 50 ml and 8 ml of 0.2 M copper or nickel nitrate solutions are added. The contents of the beaker are heated on a water bath until the volume is about 15 ml (90 min). After cooling for 30 min, the precipitate is filtered through a sintered glass crucible (porosity 4) and washed first with 1% sulphuric acid and then with 50% ethanol until free from sulphate. The precipitate is dried at 120°C for 1 h and weighed as PbSO₄.

The method yields very accurate results and has also been applied for the analysis of type metal. Al(III), Fe(III), Zn(II), Mn(II), Sn(II), and Sb(III) do not interfere in the estimation.

Grateful thanks of the authors are due to Prof. P. K. Jena, Director, Regional Research Laboratory, Bhubaneswar, for facilities and interest in the work.

Reference

1. Suryanarayana, A., Rajagopala Rao, J., Sant, B. R.: Anal. Chim. Acta **59**, 481 (1972).

Dr. B. R. Sant
Regional Research Laboratory
Bhubaneswar-4
Orissa, India