Intermittent A.C. Arc Method for Spectrographic Analysis of Tantalum Oxide

Spektrographische Analyse von Tantaloxid mit Hilfe eines intermittierenden Wechselstrombogens

Analyse von Tantaloxid; Spektralanalyse; intermitt. Wechselstrombogen

L. C. Chandola and R. Venkatasubramanian

Spectroscopy Division, Bhabha Atomic Research Centre Trombay, Bombay-400085, India

Received December 18, 1972; revised March 14, 1973

A spectrographic method has been developed to determine Nb and eleven other trace impurities simultaneously in tantalum oxide. The method does not involve any preparation of sample and is, therefore, simple and straightforward.

Standards are prepared by dry-mixing the spec-pure grade oxides with tantalum oxide supplied by Johnson Matthey and Co. Standards and samples are glued directly on to the flat tops of a pair of graphite electrodes (UCC 107) and excited by a Hilger's low voltage intermittent A.C. arc source (Model FS 110) run at 6 A current. The spectra are

photographed on Ilford N. 30 emulsion employing a JACO 3.4 metre grating spectrograph, in the first order of a 1200 grooves/mm grating blazed at 3300 Å.

Two lines of matrix element Ta at 2808.86 Å and 2943.77 Å, are selected as internal standards by the help of moving plate studies. Nb can be estimated in the range 40–4000 ppm using the line 2950.87 Å. The analysis lines used and minimum amount estimated for other elements are: Al 3092.71 Å 25 ppm; Fe 2966.9 Å 10 ppm; Mn 2801.06 Å 2.5 ppm; Mo 3112.12 Å 30 ppm; Pb 2833.06 Å 5 ppm; Ni 3392.99 Å 5 ppm; Si 2516.19 Å 12.5 ppm; Sn 3034.12 Å 25 ppm; Ti 3372.8 Å 5 ppm; V 3118.38 Å 15 ppm; Zr 3391.97 Å 40 ppm. The sensitivity reported here is lowest for Mo, Ni, Ti and V and is comparable for other impurities with earlier methods.

The coefficient of variation ranges from $\pm 8\%$ for Nb to $\pm 18\%$ for Mo. Experiments showed that the recoveries were better than 85% of the elements added.

Mr. L. C. Chandola
Spectroscopy Division
Bhabha Atomic Research Centre
Modular Laboratories
Trombay, Bombay-400085
India

Spectrophotometric Determination of Trace Amounts of Cobalt Using 7-Nitroso-8-hydroxyquinoline-5-sulphonic Acid as Reagent

Spektrophotometrische Bestimmung von Kobaltspuren mit 7-Nitroso-8-hydroxychinolin-5-sulfonsäure

Best. von Kobalt mit 7-Nitroso-8-hydroxychinolin-5-sulfonsäure; Spektralphotometrie

I. M. Issa and M. M. Aly

Chem. Dept., Faculty of Science, Assuit University Assuit, Egypt

Received August 9, 1972; revised December 27, 1972

It has been found that 7-Nitroso-8-hydroxyquinoline-5-sulphonic acid can be well employed for the spectrophotometric determination of traces of cobalt. Physicochemical investigation of the red complex formed showed its composition to be $H[Co(II)L_3]$ (L=ligand) at pH 5.0. The molar absorptivity at 525 nm is $1.15 \times 10^4 \text{ l} \cdot \text{mole}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, Beer's law is obeyed within the range of $0.9 - 12.0 \times 10^{-5} \text{ mole of Co/l}$. Absorption of the yellow NaHL or greenish-brown Na_2L did not effect the measurement at 525 nm.

As the monosodium salt of the reagent is stable for only 3 days, it is advisable to use the disodium salt (at least 15 days). The presence of Ca, Sr, Ba, Cd, Zn, Mg, Th, UO_2 , Zr, W in concentrations up to 150 times that of cobalt does not affect the results. Interference was observed for Fe, Mn, Cr, even in about equal concentrations. Chloride, acetate, sulphate and nitrate up to 0.1 M do not interfere. The sensitivity of the method is comparable to that of Nitroso-R-salt. As little as 0.6 ppm of Co can be determined.

Experimental

Reagent. The monosodium salt of the reagent is prepared by nitrosation of 8-hydroxyquinoline-5-sulphonic acid in aqueous solution pH 5 at 0°C. The disodium salt is prepared by addition of the calculated amount of NaOH to the solution of NaHL.

Procedure. Mix 4.0 ml of 0.2 M acetate buffer pH 5 with 2.0 ml of the above reagent solution (0.2 g/100 ml) add an aliquot of the sample solution, make up to 8.0 ml with water and shake. Measure the optical density at 525 nm against a blank solution. Take the results from a calibration curve prepared similarly.

Dr. M. M. Aly
Chem. Department, Faculty of Science
Assuit University, Assuit, Egypt

**Dünnschicht-chromatographische Trennung
und Identifizierung einiger Diuretica
(6-Chlor-7-sulfamyl-3,4-dihydrobenzo-
1,2,4-thiadiazin-1,1-dioxid, 2-Acetylamino-
1,3,4-thiadiazol-5-sulfonamid
und 3-Cyclopentylmethyl-6-chlor-
7-sulfamyl-3,4-dihydrobenzo-
1,2,4-thiadiazin-1,1-dioxid)
an unterschiedlichen Sorptionsschichten**

Thin-Layer Chromatographic Separation and Identification
of Some Diuretica on Different Sorption Layers

Trenn. von Diuretica; Chromatographie, Dünnschicht;
unterschiedliche Schichten

H. Thielemann und M. Pöpke

Eingegangen am 27. November 1972

Diuretica gehören verschiedenen Stoffklassen an und
besitzen unterschiedliche Angriffspunkte.

Acetazolamid [= Nephramid = 2-Acetylamino-
1,3,4-thiadiazol-5-sulfonamid) zählt zu den Carbo-
anhydrasehemmern mit größter Wirkung.

Hydrochlorothiazid (= Disalunil = 6-Chlor-7-
sulfamyl-3,4-dihydrobenzo-1,2,4-thiadiazin-1,1-di-
oxid) und Cyclopenthiazid (= Benesal = 3-Cyclo-
pentylmethyl-6-chlor-7-sulfamyl-3,4-dihydrobenzo-1,2,4-
thiadiazin-1,1-dioxid) gehören zu den Saluretica.

Eine dünnschicht-chromatographische Trennung
und Identifizierung der drei genannten Verbindungen
kann von pharmazeutischem und toxikologischem
Interesse sein.

Experimenteller Teil

Die dünnschicht-chromatographisch zu trennenden und zu
identifizierenden Diuretica werden im folgenden unter der
Kurzbezeichnung Substanz I, II und III aufgeführt.
(I = Acetazolamid; II = Hydrochlorothiazid; III = Cyclo-
penthiazid).

Verwendet man *Fertigfolien UV 254* der Fa. Sklářny
Kavalier (ČSSR) (Zusammensetzung der Folien: Sorptions-

mittel: Kieselgel für Chromatographie mit einem Lu-
minescenzindicator; Unterlage: Verfestigte Aluminiumfolie;
Bindemittel: Stärke) und ein Laufmittelsystem, das
für alle Sorptionsschichten gleichermaßen diente, bestehend
aus n-Butanol/Methanol/Chloroform/25%ig. Ammoniak
(40:15:15:15), so ließen sich nach Lufttrocknung der Folien
und Betrachten unter langwelligem UV-Licht (Filter) die
Substanzen I und II an der Eigenfluoreszenz erkennen.

Als Sprühreagens eignete sich auch Rhodamin B (0,025%ige
Lösung in Äthanol) und nach anschließendem Betrachten
der Folien im langwelligen UV-Licht kann man die Sub-
stanzen I und II als dunkelvioletten Flecke auf rosa Unter-
grund erkennen.

R_F -Werte: Substanz I 21, Substanz II 47.

Mit dem Sprühreagens Natriumnitrosopentacyano-
ferrat(III) ließen sich alle 3 Verbindungen deutlich fixieren.

R_F -Werte: Substanz I 21, Substanz II 47, Substanz III 2.

Auch eignete sich eine Silbernitrat-Fluorescein-Lösung.

Herstellung der Lösung: a) Silbernitratlösung (10% in
Wasser); b) 0,2 g Fluorescein-Natrium werden zu 100 ml in
absol. Äthanol gelöst.

Als Nachweisreagens müssen vor Gebrauch 10 ml der
Lösung a) mit 50 ml der Lösung b) gemischt werden.

Trennung und Nachweis an *Celluloseschichten*.

Herstellung der Celluloseplatten: Zur Verfügung stand
Cellulosepulver zur Dünnschicht-Chromatographie FND
Filtrak der Spezialfabrik Niederschlag des VEB Freiburger
Zellstoff- und Papierfabrik zu Weißenborn.

30 g Pulver werden in einem Becherglas mit 60 ml Wasser
(ausreichend für 5 Platten 20 × 20 cm) 30–40 sec mit einem
elektrischen Rührer aufgeschlagen und dann auf die Platten
verstrichen. Die luftgetrockneten Platten eignen sich vor-
trefflich zur Trennung und Identifizierung. Die Identifizie-
rung der Verbindungen erfolgt in Jod-Dampf-Atmosphäre
und anschließend kurze Behandlung durch schwaches Er-
wärmen im Trockenschrank bei 50°C. Man erkennt deutlich
gelb-braune Flecke.

R_F -Werte: Substanz I 18, Substanz II 32, Substanz III 8.

Unter langwelligem UV-Licht (Filter) sind nur die Sub-
stanzen I und II mit violetter Fluoreszenz erkennbar.

Trennung und Nachweis an *Mischschichten* (Kieselgel G
und Cellulose 1:1).

Die Platten werden bei 110°C 2 h im Trockenschrank
aktiviert und danach unmittelbar verwendet.

Nach Joddampflokalisierung konnten die R_F -Werte mar-
kiert werden. Substanz I 19, Substanz II 44, Substanz III 2.

Dr. rer. nat. H. Thielemann

Apothekerin M. Pöpke

DDR-36 Halberstadt, Wasserturmstraße 10

Deutsche Demokratische Republik