Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

I. Allgemeine analytische Methoden, Apparate und Reagentien

Spektralanalyse. Über die Erhöhung der Empfindlichkeit der Spektralanalyse luminophor-reiner Substanzen berichten L. J. A. CHLEBNIKOVA, V. N. VASILJEVA und L. A. DVORŽECKAJA¹. Die Verf. reichern die Verunreinigungen in Zinksulfid (1 g) an durch Überführen mit Salzsäure in Zinkchlorid, Abdampfen zur Trockne und nachfolgendes Abtreiben des Zinkchlorids im Vakuum bei 550°C, 30 min lang. Die gebliebenen Verunreinigungen versetzt man mit Salzsäure, dampft ab und löst in Wasser. Die erhaltene Lösung wird tropfenweise auf die Kohlenelektroden aufgetragen und im 8-A-Dauerstrombogen angeregt. Es werden Co und Ni mit einer Empfindlichkeit von $5 \cdot 10^{-6}\%$ (Fehler $\pm 20\%$) bestimmt. Kupfer und Eisen werden etwa 100mal angereichert. — Bei der Cadmiumsulfidanalyse werden 1 g Probe wie oben bearbeitet, nur das Abtreiben des Cadmiumchlorids erfolgt bei 600°C. Analysenlinien: Ni 3050,82 und Co 2521,36 Å. — Bei der Analyse von Cadmiumselenid wird eine Extraktionsmethode zur Anreicherung von Ni, Co und Fe angewandt. 5 g Probe werden in Salpetersäure gelöst, mit Schwefelsäure in Cadmiumsulfat übergeführt und zur Trockene abgedampft. Den Abdampfrückstand löst man in Wasser und extrahiert die komplexen metallorganischen Verbindungen von Dimethylglyoxim, 1-Nitroso-2-naphthol bzw. Kupferron mit Chloroform und Isoamylalkohol. Analysenlinien: Ni 3054,32 und Co 3044,00 Å. Die Empfindlichkeit beträgt $2 \cdot 10^{-6}\%$ für Ni und $5 \cdot 10^{-6}\%$ für Co, mittlerer Fehler $\pm 20\%$.

¹ Zavodskaja Laborat. 28, 45—46 (1962) [Russisch]. Staats-Inst. Angew. Chem. J. MALINOWSKI

Zur Berücksichtigung des Einflusses der Probenelemente auf die Linienintensität bei der Röntgenspektralanalyse, haben I. G. DEMJANIKOV und P. F. PARAMONOV¹ in einer Arbeit vom meist mathematischem Charakter eine Formel für die Intensität der analytischen Linie für die Außenstandardmethode in einer Vielkomponentenmischung aufgestellt. Die Gültigkeit der Formel wurde am Beispiel der Nickel- und Selenlinien in künstlichen Mischungen: Se-As, Ni-Zn, Ni-Co, Ni-Cu nachgeprüft.

¹ Zavodskaja Laborat. 28, 40—43 (1962) [Russisch] Inst. Metallurgie und Anreicherung, Akad. Wiss. Kasachische SSR. J. MALINOWSKI

Säulenchromatographie. Ein Mehrkammermischer (multichamber gradient mixer) zur Herstellung von Elutionslösungen mit variablem Gradienten für chromatographische Trennungen wird von E. A. PETERSON und J. ROWLAND¹ beschrieben. Es stellt ein gegenüber der ersten Veröffentlichung² vereinfachtes und billigeres Gerät dar. Die Ausmaße, der Aufbau und die Beschaffenheit der einzelnen Bauteile werden im Original ausführlich behandelt.

¹ J. Chromatogr. (Amsterdam) 5, 330—331 (1961). Lab. Biochem., Nat. Cancer Inst., Public Health Serv., U.S. Dept. Health, Educat. Welf., Bethesda, Md. (USA). —

² PETERSON, E. A., and H. A. SOBER: *Analyt. Chemistry* 31, 867 (1959); vgl. diese Z. 173, 150 (1960). R. HÖNIGSCHMID-GROSSICH