und die Fraktion 0,5–1,0 mm in ein Quarzrohr gebracht. Durch einstündige Durchspülung mit Stickstoff (10–20 ml/min) wird die Luft verdrängt und der Ruß noch weitere 2 Std bei 900°C geglüht. Nach Erkalten wird mit Wasserstoff reduziert. — Aus den Beleganalysen ist zu ersehen, daß die Abweichungen nicht $\pm 0,2$ – $0,3\%$ überschreiten. Die Verbrennungsdauer ist 20–25 min. Der Blindverbrauch war nie größer als 100–150 μg .

¹ Ž. anal. Chim. 18, 644–649 (1963) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) — ² KORŠUN, M. O.: Zavodskaja Laborat. 10, 241 (1941). — ³ UNTERZAUCHER, J.: Ber. dtsh. chem. Ges. 73, 391 (1940). — SCHÜTZE, M.: diese Z. 118, 245 (1940).

J. GASPARIČ

Zur Bestimmung des Fluors bei der organischen Elementaranalyse kann nach B. VAN ZANTEN, D. DECAT und G. LELIAERT¹ mit Vorteil die Neutronenaktivierungsanalyse herangezogen werden. Über die Reaktion $^{19}\text{F} (n, \gamma) ^{20}\text{F}$ wird bei einer 10 sec währenden Bestrahlung von 1 mg F in einem thermischen Fluß von $10^{12} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}$ eine Aktivitätsrate von $1,4 \cdot 10^5$ Zerf./sec erhalten. Zur Messung wird die 10 sec lang bestrahlte, in einem Nylonbehälter verpackte Probe mit einem pneumatischen System in die Zählposition geschossen; alle Zeitmessungen werden über einen thermostatisierten Quarzoscillator gesteuert und zeigen eine Reproduzierbarkeit von 1 msec. Zur Aktivitätsmessung wird ein 2×2 Zoll-Flachkristall ($5,1 \times 5,1$ cm) verwandt, an den über einen auf 1,4 MeV eingestellten Impulshöhenanalysator zehn Zählleinheiten angeschlossen sind, deren jede 10 sec lang die Impulse sammelt. Störungen durch andere, in organischen Verbindungen vorkommende Elemente (C, H, O, N, S, P, Cl) sind bei Bestrahlung im thermischen Neutronenfluß nicht zu befürchten. Zur Eliminierung von Fehlern durch unterschiedliche Geometrie der Proben wird empfohlen, das Untersuchungsmaterial zu pulverisieren und nötigenfalls durch Zusatz von Rohrzucker die Bestrahlungsbehälter immer völlig zu füllen. Die Eichung der gemessenen Impulsrate wird durch Bestrahlung von NH_4F oder von p-Fluorbenzoesäure vorgenommen. Als Flußmonitor dient in allen Fällen Platin; das durch Zerfall des ^{199}Pt gebildete ^{195}Au wird nach Abklingen der anderen Aktivitäten am nächsten Tag gemessen. Bei Beachtung der angeführten Gesichtspunkte sind die Bestimmungen mit einem relativen Fehler von 1–2% möglich.

¹ Int. J. appl. Radiat. 14, 105–111 (1963). Studiecentrum voor Kernenergie, Mol (Belgien).

K. H. NEEB

IV. Spezielle analytische Methoden

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Die Methode¹ der Bestimmung von in Wasser löslichen Polysacchariden in Hydrolyseprodukten von Pflanzenmaterial läßt sich nach E. F. LICHONOS und I. I. KOROL'KOV² weiter verfeinern. Papierchromatographisch³ werden aus einem Gemisch die einzelnen Mono- und Polysaccharide getrennt und nach Eluieren bestimmt. Das Verfahren ermöglicht es auch, das Fortschreiten der in 1%iger Schwefelsäure langsam laufenden Hydrolyse festzustellen. Diese Methode gibt richtige Resultate nicht nur bei aus Hexosen bestehenden Polysacchariden wie es bei der Methodik nach BELJAEVSKIJ¹ der Fall ist, sondern auch bei den pentosenhaltigen Polysacchariden. (Nähere methodische Angaben fehlen.)

¹ BELJAEVSKIJ, I. A.: Gidroliznaja prom. SSSR 5 (1953). — ² Ž. prikl. Chim. 36, 1152–1154 (1963) [Russisch]. — ³ I. Z. EMEL'JANOVA, u. T. A. BATRAKOVA: Analyt. chimija 1 (1958).

M. BARTUŠEK