Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

II. Analyse anorganischer Stoffe

Die Halbwertszeiten von Caesium-137 und Caesium-134 haben L. A. DIETZ, C. F. PACHUCKI und G. A. LAND¹ massenspektrometrisch über einen Zeitraum von 1,5 Jahren zu $30,35 \pm 0,38$ Jahren bzw. $2,046 \pm 0,004$ Jahren bestimmt. $1 \cdot 10^{-8}$ g des betreffenden Isotops als Cs_2SO_4 genügten, um mit der von den Verff. entwickelten Methode mit innerem Standard² durch thermische Ionisierung an Wolfram die hohe Genauigkeit der Isotopenmessungen zu erreichen. Trotzdem werden die Angaben der Halbwertszeiten nur als vorläufig gewertet, weil sich die Untersuchungen über mehrere Jahre erstrecken.

¹ Analyt. Chemistry **35**, 797–799 (1963). General Electric Co., Knolls Atom. Power Lab., Schenectady, N.Y. (USA). — ² Analyt. Chemistry **34**, 709 (1962); vgl. diese Z. **195**, 438 (1963).
F. AULINGER

Die vollständige Elution von Kupfer(II)-ionen von Ionenaustauscherharzen (Bio Rad AG 1-X10) erreichten J. J. O'CONNOR, J. R. WEINER und B. RUBIN¹. Um die Reduktion der Cu^{II} zu Cu^{I} -Ionen zu verhindern, setzten sie der Elutionslösung (0,1 n Salzsäure) Chlor zu. Das Austauscherbett wurde vorher mit dem 20fachen Säulenvolumen 6 n Salzsäure, die etwa 0,05 m Chlor enthielt, vorbehandelt. Durch diese Behandlung wurde der Kupferverlust (Cu^{I} -Ionen werden nicht eluiert) um das 50fache verringert.

¹ Analyt. Chemistry **35**, 420–421 (1963). Air Force Cambridge Res. Labs., L. G. Hanscom Field, Bedford, Mass. (USA).
H. ENGELHARDT

Beryllium. Den *Tüpfelnachweis von Beryllium mit Chromazurol S* haben W. HERRMANN und R. GEYER¹ verbessert. Man erhält auf Filtrierpapier einen charakteristischen hellblauen Fleck. Die Reaktion wird in schwach ammoniakalischem Medium (pH ~ 9) durchgeführt, wo ihre Empfindlichkeit am größten ist. Der störende Einfluß anderer Kationen kann durch Zusatz von Oxalat und ÄDTA behoben werden. Nickel stört durch die blaue Farbe seines Ammoniumkomplexes. Liegen keine störenden Ionen vor, lassen sich noch $4,5 \cdot 10^{-4}$ μg Beryllium in 0,05 ml Lösung nachweisen, der Empfindlichkeitsexponent beträgt $\text{pD}_a \approx 8$. Bei Gegenwart von Aluminium, Eisen(III), Kupfer, Zirkonium, Zink, Lanthan in 10^{-2} m Lösung sinkt die Empfindlichkeit bis auf den 50.–500. Teil. — *Ausführung.* Man bringt 1 Tr. Maskierungslösung (siehe unten) auf das Tüpfelpapier und gibt einige Hundertstel Milliliter der neutralisierten Probelösung zu, dann weitere 2 Tr. Maskierungslösung. Nach 2–3 min fügt man 1 Tr. Reagenslösung (siehe unten) zu. Es entsteht nach 1–2 min bzw. bei sehr geringen Konzentrationen nach 30 min ein intensiv hellblauer Fleck. — *Maskierungslösung.* Eine gesätt. Lösung von ÄDTA und Ammoniumoxalat wird mit Ammoniak bis zur schwachen Rosafärbung von Phenolphthalein versetzt. — *Reagenslösung.* Eine 0,02% ige wäßrige Lösung von Chromazurol S wird mit Maskierungslösung auf das Doppelte verdünnt.

¹ Mikrochim. et Ichnoanalyt. Acta (Wien) **1963**, 495–498. Inst. analyt. Chem., Techn. Hochsch. Chem., Leuna-Merseburg.
LISELOTT JOHANNSEN

Ein mikro-kristallchemischer Nachweis für Beryllium mit Hexammin-kobalt(III)-chlorid, der auch bei Anwesenheit von Uran ausgeführt werden kann, wird von J. W. L. VAN LIGTEN und W. COOL¹ beschrieben. Dazu wird Beryllium im Verlauf