

## Kurze Mitteilungen

### Elektronenmikroanalyse von Grünspan auf Messing

Electronic Microanalysis of Verdigris on Brass

S. YAMAGUCHI

National Institute for Research in Inorganic Materials,  
Bunkyo, Tokyo (Japan)

Eingegangen am 15. Juni 1971

Bei einer in einem Kraftfahrzeug benutzten elektrischen Anlage konnte an der Berührungsstelle zwischen Messingblech und Kupferdraht, abgedeckt von einer Gummipolplatte, ein hellgrüner Belag beobachtet werden, der sich auf der Messingoberfläche angesetzt hatte. Dieser Belag konnte mit Hilfe der Elektronenbeugung einwandfrei identifiziert werden. Aus dem Elektronenbild ergab sich, daß die Profile der Reflexe für Kristalle mit Schichtengitter wie auch für solche mit Konzentrationsgefälle charakteristisch waren [4]. Die Profile des (450)- und (004)-Reflexes deuteten auf das Schichtengitter hin, wie bereits an einer Kaolinpulverprobe gezeigt worden war [4]. Aus den übrigen Reflexen ergab sich der Beweis für das Konzentrationsgefälle, wie es an Hand einer Pt-Au-Legierung demonstriert werden konnte [4]. Netzebenenabstände und Intensitäten, die den beobachteten Reflexen entsprechen, sind in der Tabelle angegeben. Dadurch wird bewiesen, daß der untersuchte Belag aus  $(\text{Cu, Zn})\text{SO}_4 \cdot 2(\text{Cu, Zn})(\text{OH})_2$  besteht. Er hat Gitterabmessungen, die denen von rhombischem Antlerit ( $a_0 = 8,25$ ;  $b_0 = 12,01$ ;  $c_0 = 6,04 \text{ \AA}$ ) [1] ähnlich sind. Das basische Kupfer- und Zinksulfat bilden einen Mischkristall mit Konzentrationsgefälle. Das Hydrat dieser Art weist ein Schichtengitter

Tabelle. Auswertung des beobachteten Elektronenbildes

$d$ (ÅE)	hkl	I
6,80	110	3
4,04	200	2
3,60–3,34	130, 201, 220, 031	4
3,09–2,98	131, 040	1
2,73–2,49	112, 002, 310, 122, 320	10
2,13–2,06	042, 232, 400	9
1,76–1,71	133, 252	7
1,55–1,51	450, 530, 004	10

$d$  (ÅE): gemessene Netzebenenabstände.

hkl: Rhombische Miller-Indices.

I: Intensitäten der Reflexe in willkürlicher Einheit.

längs der  $c$ -Achse auf, wie es beim Hydroxid allgemein der Fall ist [2]. Die Bildung von Sulfat wurde wahrscheinlich durch den in der Gummipolplatte enthaltenen Schwefel verursacht.

Die beschriebene Untersuchung ist ein Beispiel für die Mikroanalyse einer kristallinen Substanz mit Hilfe der Elektronenbeugung. Die Erfassungsgrenze beträgt etwa  $10^{-12} \text{ g}$  [2]

#### Literatur

1. American Society for Testing Materials: X-ray diffraction cards, publ. by Joint Committee on the chemical analysis by X-ray diffraction methods, Philadelphia 1967.
2. Bauer, E.: Elektronenbeugung, S. 177 ff. München: Verlag Moderne Industrie 1958.
3. Yamaguchi, S.: J. Appl. Phys. USA **25**, 1437 (1954).
4. — diese Z. **184**, 412 (1961).

S. Yamaguchi

National Institute for Research in Organic Materials  
2-29-3 Hon-Komagome, Bunkyo, Tokyo  
Japan

### Gravimetric, Volumetric and Amperometric Determination of Antimony and Bismuth as Isoquinoline Iodide Complex in Presence of Each Other

Gravimetrische, volumetrische und amperometrische Bestimmung von Antimon und Wismut nebeneinander als Isochinolin/Jodid-Komplex

A. L. J. RAO and B. K. PURI

Department of Chemistry, Punjabi University,  
Patiala, India

Received June 1, 1971

Volumetric and amperometric methods have already been reported from this laboratory based upon the formation of insoluble bismuth isoquinoline iodide complex [2]. In the present communication conditions have been developed for the simultaneous determination of antimony and bismuth using these methods with isoquinoline.

#### Experimental

*Reagents and Solutions.* Mercuric nitrate solution was standardized by titrating with potassium iodide using diphenylcarbazone as the internal indicator [1]. About 0.1 M solution of isoquinoline was prepared in 10–12 ml of 85% formic