

of Pb(II) was obtained at potentials slightly more negative than the wave of U(V), but this caused no interference.

Chemical Laboratories,  
University of Roorkee,  
Roorkee (India)

WAHID U. MALIK  
HARI OM GUPTA  
CHOKHEY LAL SHARMA

- 1 P. HERASYMENKO, *Chem. Listy*, 19 (1925) 172; *Trans. Faraday Soc.*, 24 (1928) 272.
- 2 W. E. HARRIS AND I. M. KOLTHOFF, *J. Am. Chem. Soc.*, 67 (1945) 1484.
- 3 R. STRUBL, *Collection Czech. Chem. Commun.*, 10 (1938) 466.
- 4 I. M. KOLTHOFF, W. E. HARRIS AND G. MATSUYAMA, *J. Am. Chem. Soc.*, 66 (1944) 1782.
- 5 D. H. M. KERN AND E. F. ORLEMANN, *J. Am. Chem. Soc.*, 71 (1949) 2102.
- 6 K. A. KRAUS, F. NELSON AND G. L. JOHNSON, *J. Am. Chem. Soc.*, 71 (1949) 2510.
- 7 E. S. KRITCHEVSKY AND J. C. HINDMANN, *J. Am. Chem. Soc.*, 71 (1949) 2069.
- 8 H. F. BALLENER, U.S. Government Pub. A.E.C.D. 2065.

Received August 22nd, 1966; in revised form November 10th, 1966

*J. Electroanal. Chem.*, 14 (1967) 239-240

## Zur Invers-Polarographie des Technetiums

Die inverse Polarographie wurde von uns erstmals auf ihre Eignung zur analytischen Bestimmung des Radioelements Technetium geprüft. Unter Verwendung der Kemula-Elektrode der Fa. Metrohm liessen sich an alkalischen  $\text{K}^{99}\text{TcO}_4$ -Lösungen nach Elektrolyse bei einem Abscheidungspotential von  $-1.0\text{ V}$  gut auswertbare Polarogramme aufnehmen; in neutralen Grundelektrolyten traten nur in Andeutungen Wellen auf, während sie in sauren Lösungen ganz ausblieben. Bei kathodischer Arbeitsweise (cathodic stripping) konnten keine Wellen beobachtet werden. Abb. 1 zeigt ein charakteristisches Invers-Polarogramm des  $\text{TcO}_4^-$  in alkalischer Grundlösung.

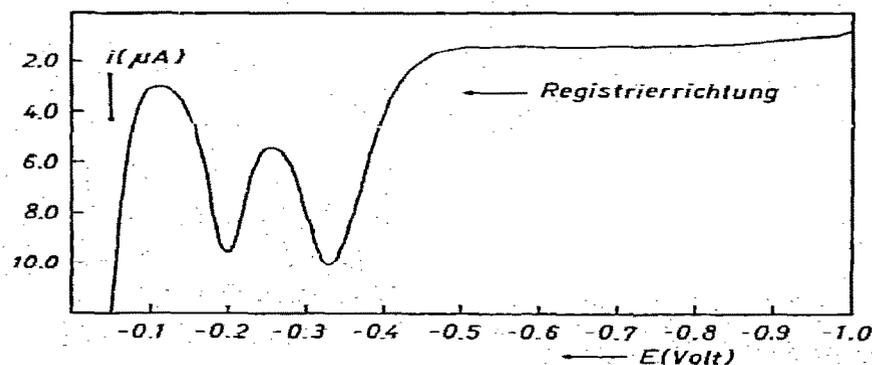


Abb. 1. Invers-Polarogramm von 20 ml  $6.0 \cdot 10^{-5}\text{ M}$   $\text{KTcO}_4$  in  $1\text{ M}$   $\text{NaOH}$ , Temp.  $25^\circ$ , Bezugselektrode ges.  $\text{Ag}/\text{AgCl}$ , Elektrolysedauer 4 min, Hg-Tropfendurchmesser  $\approx 0.8\text{ mm}$ , Spannungsvorschub  $1\text{ V min}^{-1}$ .

Die beiden Wellen mit den Spitzenpotentialen  $E_s \approx -0.33\text{ V}$  und  $\approx -0.20\text{ V}$  liegen sehr viel positiver als die reversiblen  $\text{TcO}_4^-$ -Reduktionsstufen des normalen Gleichstrom-Polarogramms<sup>1</sup>. Die den Wellen zugrunde liegenden Oxydationsvor-

gänge sind noch nicht geklärt. Der bei der Anreicherungs elektrolyse am Hg-Tropfen beobachtete braunschwarze Belag deutet auf die Bildung des in alkalischem Medium bevorzugt entstehenden  $TcO_2$  hin, so dass die Gesamtoxydation durch den Übergang  $Tc(IV) \rightarrow Tc(VII)$  beschrieben werden könnte.

In 1 M Natronlauge wurde für die Welle bei  $-0.33$  V im Konzentrationsbereich von  $10^{-4}$  bis  $3 \cdot 10^{-7}$  M Tc, für die Welle bei  $-0.20$  V von  $10^{-4}$  bis  $4 \cdot 10^{-6}$  M Tc lineare Abhängigkeit des Spitzenstroms von der Konzentration nachgewiesen. Die Erfassungsgrenze lag bei  $0.3 \mu g$  Tc. Die Messungen waren mit einem Fehler von  $\pm 4\%$  reproduzierbar. Während in Gegenwart von  $UO_2^{2+}$  die Ausbildung der Wellen stark beeinträchtigt wird, konnten noch  $0.5 \mu g$  Tc neben einem  $10^4$ -fachen molaren  $MoO_4^{2-}$ -oder  $ReO_4^-$ -Überschuss quantitativ bestimmt werden.

Die Untersuchungen wurden im Rahmen des Euratom-Forschungsvertrages Nr. 064-64 RISD durchgeführt. Prof. W. HERR danken wir für die freundliche Förderung dieser Arbeit.

Arbeitsgruppe "Institut für Radiochemie" der  
Kernforschungsanlage Jülich;  
Institut für Kernchemie der Universität Köln

L. ASTHEIMER

K. SCHWOCHAU

Eingegangen 8. September 1966.

I. L. ASTHEIMER UND K. SCHWOCHAU, *J. Electroanal. Chem.*, 8 (1964) 382.

*J. Electroanal. Chem.*, 14 (1967) 240-241

## BOOK REVIEWS

*The Glass Electrode*, by G. EISENMAN, R. BATES, G. MATTOCK and S. M. FRIEDMAN, Interscience Publishers Inc., New York, London and Sydney, 1966, 330 pages, \$7 or 53s.

This is a paperback reprint of articles by the four authors, respectively:

(i) *The Electrochemistry of Cation Sensitive Glass Electrodes* from *Advances in Analytical Chemistry and Instrumentation* edited by C. N. REILLEY, Vol. 4, (1965).

(ii) *The Glass Electrode in the Determination of pH* from *Determination of pH: Theory and Practice*, 1964.

(iii) *Laboratory pH Measurements* from *Advances in Analytical Chemistry and Instrumentation* edited by C. N. REILLEY, Vol. 2, 1963.

(iv) *Measurement of Sodium and Potassium by Glass Electrodes* from *Methods of Biochemical Analysis* edited by D. GLICK, Vol. 10, 1962.

Three of these articles were very well reviewed in this Journal: (i) 13 (1967) 468, (ii) 8 (1964) 493 and (iii) 8 (1964) 492. The only question is whether it is more useful to have them grouped in the present form rather than in the original. With the exception of (ii), there is little doubt that, being drawn from heterogeneous collections, they tend to be more useful in the newer grouping. However, the chapter from BATES' book is in a different category. It is designed as part of an integral work. Since this work is the

*J. Electroanal. Chem.*, 14 (1967) 241-242