

Zusammenfassung

Der Gehalt an metallischem Natrium in Natriummonoxid kann durch Behandeln der Probe mit 90%igem Äthanol gasvolumetrisch bestimmt werden. Natriummonoxid gibt bei der Behandlung keine Gasentwicklung. Im Monoxid vorhandenes Peroxid stört bei der Bestimmung nicht, da mit 90%igem Äthanol nur Hyperoxid unter Gasentwicklung in Peroxid umgewandelt wird. Der Hyperoxidgehalt im Monoxid kann aber, wenn überhaupt vorhanden, als vernachlässigbar klein angenommen werden.

Summary

The content of metallic sodium in sodium monoxide can be determined by gas volumetry after treating the sample with 90% aqueous ethanol. No gas is evolved by the monoxide. Peroxide contained in monoxide does not interfere, as only so much gas is released as corresponds to the negligible hyperoxide content.

Literatur

¹ HARTMANN, H., TH. NENTWICH u. G. STRÖHL: Abh. Braunschweig. Wiss. Ges. **X**, 25 (1958). — ² MEFFERT, A., u. H. MEIER-EWERT: diese Z. **198**, 325 (1963). — ³ PEPKOWITZ, L. P., and W. C. JUDD: Analyt. Chemistry **22**, 1283 (1950); vgl. diese Z. **138**, 158 (1953). — ⁴ PEPKOWITZ, L. P., W. C. JUDD and R. J. DOWNER: Analyt. Chemistry **26**, 246 (1954); vgl. diese Z. **144**, 210 (1955). — ⁵ WHITE, J. C., W. J. ROSS and R. ROWAN jr.: Analyt. Chemistry **26**, 210 (1954); vgl. diese Z. **144**, 210 (1955). — ⁶ WILLIAMS, D. D., and R. R. MILLER: Analyt. Chemistry **23**, 1865 (1951); vgl. diese Z. **138**, 158 (1953).

Laborleiter H. MEIER-EWERT, 7888 Rheinfelden/Bd., Friedrich Ebert-Str. 1

Aus dem Eduard Zintl-Institut, Lehrstuhl für Kernchemie, der Technischen Hochschule Darmstadt

Nachweis von Spuren Gold und Silber durch Tüpfelreaktionen

Von

A. FABRIKANOS und K. H. LIESER

(Eingegangen am 22. Mai 1963)

In einer vorausgehenden Arbeit¹ wurde die Darstellung von Gold- und Silber-Hydrosolen durch Reduktion mit Äthylendiamintetraessigsäure unter der Einwirkung von UV-Bestrahlung beschrieben. Diese Reduktionsmethode ist sehr gut geeignet zum Nachweis von Gold und Silber durch Tüpfelreaktionen. Ein Tropfen der Gold(III)-chlorid- bzw. Silbernitrat-haltigen Lösung wird auf Filtrierpapier mit einem Tropfen Äthylendiamintetraessigsäurelösung versetzt und mit UV-Licht bestrahlt. Unter

diesen Bedingungen sind die Farbreaktionen auch bei sehr kleinen Konzentrationen erkennbar. Die zum Nachweis verwendete Äthylendiamintetraessigsäure verursacht keine Färbung.

HYNES u. Mitarb.⁴ verwendeten die Reduktion von Gold(III)-chloridlösung durch Versene (Tetranatriumsalz der Äthylendiamintetraessigsäure) für den Nachweis von Gold durch Tüpfelreaktionen. Sie fanden, daß dieses Reagens sehr selektiv für Gold ist; die von ihnen angegebene Grenzpfindlichkeit beträgt 50 μg (Grenzkonzentration 1:1000). Weitere spezifische Reaktionen für Gold und Silber sind in der Literatur angegeben^{2,3}. Die im folgenden näher beschriebenen Nachweisreaktionen zeichnen sich dadurch aus, daß sie empfindlich, zuverlässig und in der Ausführung sehr einfach sind.

Nachweis von Gold. Auf ein Filtrierpapier (siehe unten) wird ein Tropfen der Gold(III)-chlorid-haltigen Lösung und ein Tropfen Äthylendiamintetraessigsäurelösung (etwa 0,1 m) gebracht. Unter der UV-Lampe erscheint nach 1–2 min ein violett- oder rosafarbener Fleck. Wenn sehr kleine Konzentrationen an Gold vorliegen, ist es ratsam, auch kleinere Konzentrationen von Äthylendiamintetraessigsäure zu verwenden (z.B. 10^{-3} m). Je kleiner die Konzentration an Gold ist, desto länger muß man bestrahlen, bis der Farbfleck erscheint. Außerdem ist bei sehr kleinen Konzentrationen die Färbung im diffusen Licht besser zu erkennen.

Ionen, wie Ba^{2+} , Cd^{2+} , Co^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Pb^{2+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} , Na^+ , K^+ , Sr^{2+} , NH_4^+ , Cl^- , J^- , NO_3^- , SO_4^{2-} stören nicht. (Geprüft bis zu einer Konzentration von 10^{-2} Mol/l.) Die Grenzpfindlichkeit beträgt bei Verwendung von 0,01 ml Lösung 0,1 μg (Grenzkonzentration 1:100000).

Die größere Empfindlichkeit gegenüber der Methode von HYNES u. Mitarb.⁴ ist darauf zurückzuführen, daß die Reduktion durch UV-Licht erfolgt; unter diesen Bedingungen wird wahrscheinlich in den Capillaren des Filtrierpapiers eine höhere Dispersion der kolloidalen Teilchen hervorgerufen.

Nachweis von Silber. Ein Tropfen der Silbernitrat-haltigen Lösung und ein Tropfen Äthylendiamintetraessigsäurelösung (etwa 0,1 m) werden auf ein Filtrierpapier (siehe unten) gebracht; dann wird unter der UV-Lampe bestrahlt, bis eine grüne Fluoreszenz auftritt. Diese ist für das Silber charakteristisch. Im allgemeinen stören nur solche Ionen, die ebenfalls eine starke Fluoreszenz zeigen (z.B. Uranylionen). Sind solche Ionen zugegen, so empfiehlt es sich, zunächst nur die Silbernitrat-haltige Lösung auf das Filtrierpapier zu bringen und mit der UV-Lampe zu bestrahlen. Wenn hinreichend viel Silber zugegen ist (mehr als einige μg), so erscheint eine bräunliche Farbe. Setzt man nun einen Tropfen der Äthylendiamintetraessigsäurelösung zu und bestrahlt mit der UV-Lampe weiter, so tritt wiederum die grüne Fluoreszenz auf. Dieses Verhalten ist für Silber sehr charakteristisch und erlaubt eine Unterscheidung von anderen fluoreszierenden Ionen.

Die Grenzpfindlichkeit für die grüne Fluoreszenz im UV-Licht beträgt bei Verwendung von 0,01 ml Lösung ebenfalls 0,1 μg (Grenzkonzentration 1:100000).

Für die Tüpfelreaktionen wurde Filtrierpapier der Fa. Macherey, Nagel & Co. Nr. 816 und 617 verwendet.

Zusammenfassung

Gold und Silber können durch Tüpfelreaktionen mit Äthylendiamintetraessigsäure unter der UV-Lampe nachgewiesen werden. Die Grenzempfindlichkeit beträgt in beiden Fällen $0,1 \mu\text{g}$ (Grenzkonzentration 1:100000).

Summary

Gold and silver can be detected by spot tests using EDTA and UV-light. For both metals the limit of identification is $0.1 \mu\text{g}$ (concentration limit 1:100000).

Literatur

¹ FABRIKANOS, A., S. ATHANASSIOU u. K. H. LIESER: in Vorbereitung. — ² FEIGL, F.: Qualitative Analysis by Spot Tests, New York, N. Y., USA 1947, S. 496ff. — ³ FEIGL, F.: Specific and Special Reactions, New York, N. Y., USA 1940, S. 169ff. — ⁴ HYNES, W. A., L. K. YANOWSKI u. J. E. RANSFORD: Mikrochemie (Wien) **35**, 160 (1950); vgl. diese Z. **134**, 208 (1951/52).

Dr. A. FABRIKANOS und Prof. Dr. K. H. LIESER,
Lehrstuhl für Kernchemie, Eduard Zintl-Institut der Technischen Hochschule,
61 Darmstadt

1,2-Dimorpholyl-äthan als Reagens in der quantitativen Analyse

IV. Gravimetrische Phosphatbestimmung*

Von

E. ASMUS und F. SARFERT

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 25. Mai 1963)

Gibt man zu einer sauren Lösung, die Phosphat und Molybdat enthält, 1,2-Dimorpholyl-äthan (DMÄ)**, so fällt ein gelber feinkristalliner Niederschlag aus, der sich vorzüglich zur quantitativen gravimetrischen Bestimmung von Phosphat eignet. Da die gelbe Verbindung nur in saurer Lösung entsteht, muß es sich um ein Analogon des seit langem bekannten gelben Ammoniummolybdatophosphats handeln. An Stelle des Ammoniumions tritt das Kation des DMÄ, welches, wie wir¹ gezeigt haben, bei pH -Werten kleiner als 1,5 vorliegt. Die Verhältnisse liegen also ähnlich wie bei WILSON⁴ bzw. GOTTSCHALK³, die ein Chinolinium- bzw.

* III. Mitt.: ASMUS, E., H. HÄHNE u. K. OHLS: diese Z. **196**, 161 (1963)

** Wir danken den Chemischen Werken Hüls für die freundliche Überlassung der Base.