

Oszillographischer Nachweis einiger Metalle in Anwesenheit von Brenzkatechin in der Grundlösung

J. MATYSIK

*Institut für anorganische Chemie, M. Curie-Sklodowska-Universität,
Lublin*

Die Ionen Mn^{2+} , In^{3+} , As^{3+} , Bi^{3+} , VO_3^- bieten in Anwesenheit von Phenolen in der Grundlösung an den Kurven $dE/dt = f(E)$ typische Einschnitte schon bei Konzentrationen rund 10^{-5} M.

Aromatische organische Verbindungen die Hydroxylgruppe vom Phenoltypus enthalten, reagieren mit Ionen vieler Metalle, besonders wenn die OH-Gruppen in der *ortho*-Lage liegen. Diese Erscheinung wurde in verschiedenen analytischen Methoden ausgenutzt und letztens auch in der Polarographie [1—4] für die Bestimmung von Al, Sn und U und in der oszillographischen Polarographie [5—7] für die Bestimmung von Mo, W und U angewendet.

In der vorliegenden Arbeit wurde das oszillographische Verhalten von Mn^{2+} , V^{5+} , In^{3+} , Bi^{3+} und As^{3+} in Anwesenheit von Polyphenole untersucht. Als Grundlösung diente 1 M- $NH_4OH-NH_4NO_3$ -Lösung vom pH 8,5 bzw. flüssiges Ammoniumnitrat-ammoniakat. Von den Phenolen wurden vorwiegend Brenzkatechin und Adrenalin bei einer Konzentration von zirka 10^{-3} M/l verwendet; solche Bedingungen scheinen für den Nachweis besonders günstig zu sein.

Die typischen Einschnitte, wie sie in der Tabelle 1 erwähnt werden entstehen erst, falls in der Grundlösung auch eine Phenolverbindung anwesend ist. Es stellte sich heraus, daß das gegebene Metall im allgemeinen ähnliche Kurven liefert, unabhängig vom angewandten Phenol, doch die Kurven der einzelnen Ionen, auch mit demselben Phenol,

Tabelle 1

Ion	Grundlösung ohne Brenzkatechin		Grundlösung mit Brenzkatechin	
	Q K	Q A	Q K	Q A
Mn^{2+}	—	—	0,18; 0,24	(0,17);* 0,22; (0,25)
V^{5+}	—	—	0,20; 0,25	0,18; 0,25
In^{3+}	—	0,45	0,44; 0,60	(0,44); (0,60)
Bi^{3+}	(0,22)	—	0,56	0,46
AsO_3^{3-}	—	0,13; 0,21	0,35	(0,24)
			(0,20); 0,26	0,26
			0,70; 0,80	
			0,92	

* Die in Klammern angegebenen Werte beziehen sich auf schwach ausgeprägte Einschnitte.

sind deutlich verschieden. Die quantitativen Messungen werden durch die geringe Beständigkeit der Diphenole in der genannten Lösung erschwert: sie werden zu oszillopolarographisch aktiven Produkten oxydiert und verursachen die Entstehung von neuen Einschnitten im Bereich von Q 0,18—0,25.

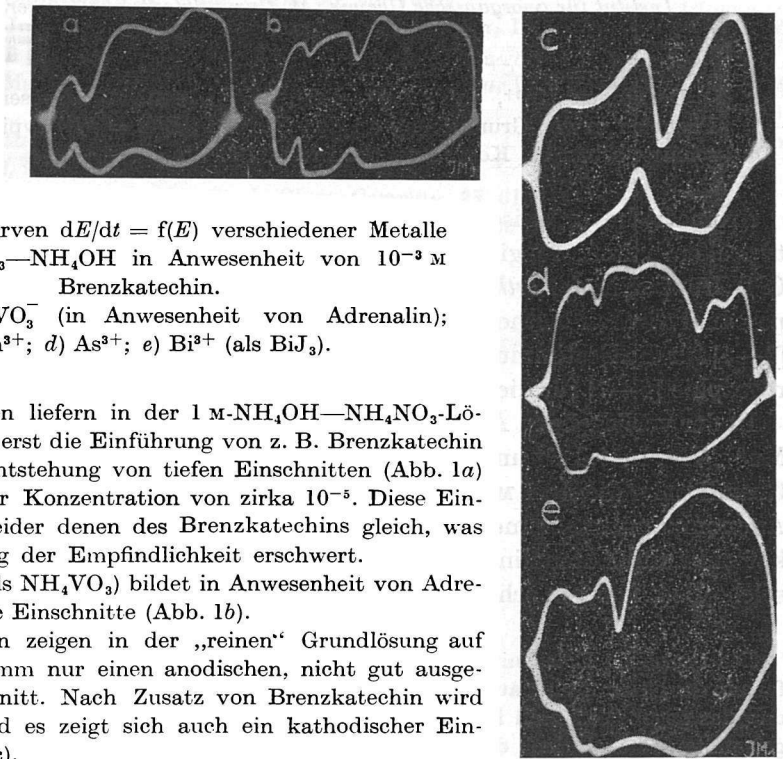


Abb. 1. Die Kurven $dE/dt = f(E)$ verschiedener Metalle in 1 M-NH₄NO₃-NH₄OH in Anwesenheit von 10⁻³ M Brenzkatechin.

a) Mn²⁺; b) VO₃⁻ (in Anwesenheit von Adrenalin);
c) In³⁺; d) As³⁺; e) Bi³⁺ (als BiJ₃).

Mangan-Ionen liefern in der 1 M-NH₄OH-NH₄NO₃-Lösung kein Bild; erst die Einführung von z. B. Brenzkatechin bewirkt die Entstehung von tiefen Einschnitten (Abb. 1a) bereits bei einer Konzentration von zirka 10⁻⁵. Diese Einschnitte sind leider denen des Brenzkatechins gleich, was die Bestimmung der Empfindlichkeit erschwert.

Vanadium (als NH₄VO₃) bildet in Anwesenheit von Adrenalin spezifische Einschnitte (Abb. 1b).

Indium-Ionen zeigen in der „reinen“ Grundlösung auf dem Oszillogramm nur einen anodischen, nicht gut ausgeprägten Einschnitt. Nach Zusatz von Brenzkatechin wird dieser tiefer und es zeigt sich auch ein kathodischer Einschnitt (Abb. 1c).

Arsen (als K₃AsO₃) bildet zwei anodische Einschnitte in der Nähe des linken Endpunktes. In Anwesenheit von Brenzkatechin verschwinden diese ursprünglichen Einschnitte und es erscheint eine neue Reihe von Einschnitten (Abb. 1d).

Wismut (als BiJ₃) gibt beim Zusatz von Brenzkatechin einen gut ausgebildeten kathodischen Einschnitt (Abb. 1e). Ohne diesen Zusatz tritt nur eine flache Biegung der Kurve auf.

OSCILOPOLAROGRAFICKÉ URČENIE NIEKTORÝCH KOVOV
ZA PRÍTOMNOSTI PYROKATECHÍNU V ZÁKLADNOM ELEKTROLYTE

J. Matysik

Ústav anorganickej chémie, Univerzita M. Curie-Skłodowskej,
Lublin

Ióny Mn^{2+} , In^{3+} , As^{3+} , Bi^{3+} , VO_3^- poskytujú za prítomnosti niektorých homológov fenolu v základnom elektrolyte typické zárezy na oscilopolarografických krivkách $dE/dt = f(E)$ často už pri koncentráciách rádovo 10^{-5} M. Tieto zárezy sa môžu využiť pre analytické účely.

ОСЦИЛЛОПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОЕ ДОКАЗАТЕЛЬСТВО
НЕКОТОРЫХ МЕТАЛЛОВ
В ПРИСУТСТВИИ ПИРОКАТЕХИНА В РАСТВОРЕ ФОНА

Й. Матысик

Институт неорганической химии, Университет М. Кюри-Скłodовской,
Люблин

Ионы Mn^{2+} , In^{3+} , As^{3+} , Bi^{3+} , VO_3^- дают в присутствии некоторых фенолов в растворе фона типичные зубцы на осциллополярографических кривых $dE/dt = f(E)$ часто уже при концентрациях порядка 10^{-5} M.

Preložil I. Smoleř

LITERATUR

1. Ishibashi M., Fujinaga T., Izutsu K., *J. Electroanal. Chem.* **1**, 26 (1960).
2. Sambucetti C. J., *Proceeding 2-nd U. N. International Conference Peaceful Uses of Atomic Energy*. Geneva 1958, XXVIII, 549.
3. Willard H. H., Dean J. A., *Anal. Chem.* **22**, 1264 (1950).
4. Bard A. J., *Anal. Chem.* **34**, 266 (1962).
5. Matysik J., *Ann. Univ. M. Curie-Skłodowska*, Lublin. Sectio AA, **16**, 4 (1962).
6. Matysik J., *Ann. Univ. M. Curie-Skłodowska*, Lublin. Sectio AA, **16**, 5 (1961).
7. Treindl L., Matschiner H., *Chem. zvesti* **16**, 285 (1962).

Eingegangen am 16. September 1963

Diskussionsbeiträge

G. Dušinský fragt, ob es auch möglich ist an Hand dieser Reaktion Phenole nachzuweisen.

J. Matysik antwortet, daß der Nachweis von Phenolen in kleineren Konzentrationen als 10^{-3} M möglich ist. Auf die Frage der Empfindlichkeit der Metallenachweise wird geantwortet, daß die Empfindlichkeitsgrenze bei Mn, V, U und Mo bei der Konzentration 10^{-6} M liegt.

R. Kalvoda ergänzt, daß es sich hier wahrscheinlich um Reduktion adsorbierbarer Komplexe handelt, die sich immer durch enorm hohe Empfindlichkeit äußert.