Literatur

1. Alimarin, J. P., Makarova, S. V.: *Ž. Anal. Chim.* **19**, 90 (1964); vgl. diese Z. **212**, 348 (1965).
2. Gagliardi, E., Wolf, E.: *Mikrochim. Acta* **1969**, 888.
3. Newsorow, A. N., Bitschkow, A. H.: sb. *Sowremenie metodi chim. i spektralnawo analiza materialow*, Metallurgia 1967.

Dr. M. Panteleeva
Wissenschaftl. Forschungsinstitut für Metallkeramik
Tintjawastr. 122
Sofia-26, Bulgarien

Anwendung von Polyoxyäthylen(20)-sorbitanmonooleat in der Analytischen Chemie

I. Photometrische Phosphatbestimmung mit Hilfe der Phosphormolybdänsäure

Use of Polyoxyethylene(20)-sorbitane-monooleate
in Analytical Chemistry.

I. Photometric Determination of Phosphate
by Means of Molybdophosphoric Acid

Z. FERLAN

LEK, Pharmazeutische und chemische Fabrik,
Ljubljana, Jugoslawien

Eingegangen am 22. Dezember 1971;
neue Fassung 2. März 1972

Verschiedene polyoxyäthylerte Verbindungen wurden auf ihre Eignung für den Gebrauch in der analytischen Chemie, besonders für die Photometrie, untersucht. Am besten hat sich das Polyoxyäthylen(20)-sorbitanmonooleat (POÄSMO) bewährt, das in der USP unter der Bezeichnung Polysorbate 80 angeführt ist. POÄSMO¹ bildet mit Phosphormolybdänsäure, wenn Molybdat vorhanden ist, in saurem Medium ein unlösliches Addukt, das im Überschuß mit intensiv gelber Farbe löslich ist, die zur photometrischen Bestimmung von Phosphat herangezogen werden kann. Das beschriebene Verfahren erfordert weder eine Extraktion der Heteropolysäure noch eine Reduktion. In Vorversuchen wurde der Einfluß der Säurekonzentration, der POÄSMO-Konzentration sowie der Temperatur und Zeit auf die Farbbildung untersucht. Als optimale Werte ergaben sich 1,5 M H₂SO₄ und 1,5- bzw. 0,5%ige POÄSMO-Lösung (s.u.); die Farbintensität bleibt bei Zimmertemperatur 1 h lang unverändert. Die Absorption wird bei 370 oder 405 nm gemessen

¹ Tween 80, Erzeugnis der Atlas Chem. Ind., Wilmington, Del., USA.

($\epsilon_{370} = 0,75 \cdot 10^4$; $\epsilon_{405} = 0,33 \cdot 10^4$). Das Beersche Gesetz gilt von 0,17–3,3 µg P/ml (370 nm) bzw. 0,17–8,5 µg P/ml (405 nm). Von den geprüften Fremdionen haben Cu²⁺, Cl⁻, NO₃⁻, Ca²⁺ und Mg²⁺ nur geringen oder gar keinen Einfluß. Si und Fe³⁺ stören in größeren Mengen (~1 mg). As(V) stört in allen Konzentrationsbereichen. Die Genauigkeit des Verfahrens (%-Fehler) in Abhängigkeit von der P-Menge beträgt $\pm 0,5$ –1,5%, mit dem Variationskoeffizient 0,5%.

Arbeitsvorschrift

Reagentien. Molybdat-Schwefelsäuregemisch. Unmittelbar vor Gebrauch stellt man eine Mischung aus 10%iger wäßriger Ammoniummolybdattetrahydratlösung und verd. Schwefelsäure (155 ml konz. Säure + 300 ml Wasser auf 500 ml aufgefüllt) im Verhältnis 1:1 her.

POÄSMO-Lösung. 1,5 bzw. 0,5 g der Verbindung mit dest. Wasser auf 100 ml aufgefüllt.

Arbeitsweise. Das Volumen der Probelösung mit höchstens 50 µg P wird mit dest. Wasser auf 2 ml ergänzt und nacheinander mit 1 ml 1,5%iger POÄSMO-Lösung und 3 ml Molybdat-Schwefelsäuregemisch versetzt und gut durchgemischt. Die Absorption der Lösung wird bei 405 bzw. 370 nm gegen Wasser oder gegen eine Blindprobe gemessen. Eine Eichkurve wird nach derselben Methode mit Hilfe von Phosphat-Standardlösung aufgestellt.

Falls die P-Menge im aliquoten Teil kleiner als 20 µg ist, wird eine 0,5%ige POÄSMO-Lösung verwendet.

Durch geeignete Verdünnungen und erhöhte POÄSMO-Konzentrationen ist auch eine P-Bestimmung bis zu einigen Prozenten möglich.

Mr. Ph. Z. Ferlan

LEK, Pharmazeutische und chemische Fabrik
Celovška c. 135
YU-61 Ljubljana, Jugoslawien

Über Oxydations- und elektrophile Substitutionsreaktionen bei der Jod-Detektion organischer Verbindungen mit ungesättigter Seitenkette

On Oxidation and Electrophilic Substitution Reactions
in the Iodine Detection of Organic Compounds
with Unsaturated Side-Chain

M. ŠARŠŮNOVÁ, B. KAKÁČ und L. KRASNEC

Laboratorium f. Arzneimittelanalyse, Bratislava, ČSSR

Eingegangen am 13. Dezember 1971; neue Fassung 4. April 1972

Die vorliegende Untersuchung über die Jod-Detektion, eine bekannte Methode zur Lokalisierung von dünn-schicht-chromatographisch getrennten Verbin-