Kurze Mitteilungen

Spektralphotometrische Bestimmung von Rubidium und Caesium

Spectrophotometric Determination of Rubidium and Caesium

Best. von Rubidium und Caesium; Spektralphotometrie

K. Bogusławska und A. Cygański

Institut für allgemeine Chemie, Polytechnikum Łódź, Polen

Eingegangen am 17. Juli 1972

Es wurde eine neue spektrophotometrische Rubidium- und Caesium-Bestimmungsmethode ausgearbeitet. Das Verfahren beruht auf der Fällung von Rb oder Cs als $M_2Sr[Cu(NO_2)_6]$ ($M=Rb, Cs$), Lösen des Niederschlags in Wasser und Messung der Absorption bei 350 nm. Die Gültigkeit des Lambert-Beerschen Gesetzes wurde geprüft. Der molare Extinktionskoeffizient beträgt 270 und $\lambda_{max} = 350$ nm. Die Extinktionsmessung wurde mit dem Zeiss-Universalphotometer durchgeführt. Über Störungen durch Fremdionen vgl. [1].

Diese Methode bildet eine Erweiterung der früher beschriebenen komplexometrischen Bestimmungsmethode [1]. Spektrophotometrisch kann man Rb- und Cs-Mengen von 1–40 mg und komplexometrisch von 40–200 mg bestimmen.

Arbeitsvorschrift

Stammlösung. $2 \cdot 10^{-3}$ M/l; man bringt 0,2991 g $Rb_2Sr[Cu(NO_2)_6]$ oder 0,3465 g $Cs_2Sr[Cu(NO_2)_6]$ in einen 250 ml-Meßkolben und füllt mit dest. Wasser zur Marke auf. Durch entsprechende Verdünnung dieser Stammlösung werden Meßlösungen mit Konzentrationen von 0,1–0,3 mg Rb/ml und 0,1–0,4 mg Cs/ml bereitet.

Ausführung. Zur Probelösung fügt man tropfenweise Salpetersäure (1:1) bis zur schwach sauren Reaktion, dampft zur Trockne auf dem Wasserbad ein, löst den Rückstand in 2 ml Wasser und versetzt mit 5 ml Reagenslösung. Die Reagenslösung bereitet man durch Lösen von 9 g $Sr(NO_3)_2$, 7,5 g $Cu(NO_3)_2 \cdot 3 H_2O$ und 17 g $NaNO_2$ in 90 ml Wasser. Die Probelösung läßt man nach Umrühren 3 h bei 5°C im Kühlschrank stehen. Danach filtriert man den Niederschlag durch einen Glasfildertiegel (G4) ab, wäscht 3–4 mal mit 2–3 ml Methanol durch Dekantation und danach mit 25 ml Methanol im Tiegel. Den ausgewaschenen Niederschlag spült man mit dest. Wasser in einen Meßkolben. Danach mißt man die Extinktion der Lösung bei 350 nm in einer entsprechenden Küvette (Tab.1 und 2) gegen dest. Wasser als Vergleichsflüssigkeit. Die quantitative Auswertung erfolgt an Hand einer gleichzeitig im Bereich 0–40 mg Rb oder Cs analog aufgestellten Eichkurve.

Tabelle 1

Rb-Gehalt mg	Lösungsvolumen ml	Küvettschichtdicke cm
1–5	50	3
5–10	50	2
10–20	100	2
20–30	100	1
30–40	200	1

Tabelle 2

Cs-Gehalt mg	Lösungsvolumen ml	Küvettschichtdicke cm
1–5	50	3
5–10	50	2
10–20	100	2
20–40	100	1

Tab.1 und 2 zeigen die Abhängigkeit des Lösungsvolumens und der Schichtdicke der Küvette vom Rb- und Cs-Gehalt der Probe. Mengen von 2–40 mg Rb oder Cs wurden bestimmt. Die Fehler lagen im Bereich von +2,5 bis –2,4 (Rb) bzw. +2,5 bis –1,0% (Cs).

Literatur

1. Bogusławska, K., Cygański, A.: diese Z. **257**, 132–133 (1971).

Mgr. Inz. K. Bogusławska
ul. Lniana Nr. 11 m. 37
Łódź, Polen

Titrimetric Determination of Indium with EDTA Using 1,5-Di- β -naphthylthiocarbazone as an Extractive Indicator

Titrimetrische Bestimmung von Indium mit ÄDTA unter Verwendung von 1,5-Di- β -naphthylthiocarbazon als Extraktionsindikator

Best. von Indium mit 1,5-Di- β -naphthylthiocarbazon; ÄDTA-Titration; Extraktionsindikator.

S. K. Sindhwani und R. P. Singh

Department of Chemistry, University of Delhi, Delhi-7, India

Received May 20, 1972

The pinkish coloured complex formed between indium and 1,5-di- β -naphthylthiocarbazone is extractable in chloroform and carbon tetrachloride. The colour reaction is sensitive.