

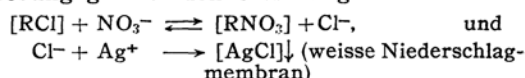
Über die Erhöhung der Empfindlichkeit von
den Niederschlagsbildungsreaktionen durch
Anwendung der Ionenaustauschharze

Von Masatoshi FUJIMOTO

(Eingegangen am 17. Februar, 1956)

In einer Reihe der Untersuchungen über die mikroanalytischen Anwendungen der Ionenaustauschharze zum Nachweis geringer Substanzmenge¹⁾ werden lediglich solche Reaktionen, die die in die Harzphase selektiv adsorbierenden und stark sich färbenden

der Harzkörnchen mit Silberionen in der Lösung gemäss den Gleichungen



reagieren. Der so gebildete Silberchloridniederschlag wird als eine weisse dichte Schicht an der Oberfläche der Harzkörnchen angesammelt, und gegen schwarzen Hintergrund deutlich nachgewiesen.

Die Ergebnisse mit einem durchsichtigen³⁾ und farblosen starkbasischen Anionenaustauschharze, Dowex 1-XI (RCl-Form) unter verschiedenen Bedingungen ausgeführter Untersuchung stehen in Tabelle I:

TABELLE I
VERGLEICHUNG VERSCHIEDENER BEDINGUNGEN VON NIEDERSCHLAGSBILDUNG
Zeit nach der Mischung (Min)

| | 2 | 5 | 10 | 20 |
|--|--|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| Mit 4.37r Ag ⁺ (108 r/ccm) | A: + + + + B: + + ± ± C: ± ± ± ± | (+)(+)(+)(+) + ± ± ± ± ± ± ± | (+)(+)(+)(+) + ± ± ± ± ± ± ± | (+)(+)(+)(+) + ± ± ± + ± ± ± |
| Mit 0.437r Ag ⁺ (10.8 r/ccm) | A: - - - - B: ± (+) ± ± C: + + + + | - - - - ± (+) ± (+) + + + + | - - - - ± (+) ± (+) + + + + | - - - - (+)(+)(+)(+) + + + + |

-: kein Niederschlag; ±: unsicher, (+): schwach, +: sicher, und ±, ±, usw.: intensiv getrübt.

Inhaltsangabe des Verfahrens:—

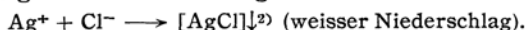
- A: 2N NaCl (1 Tropfen) + AgNO₃ (1 Tropfen) + H₂O (1 Tropfen),
B: RCl (einige Körnchen) + AgNO₃ (1 Tropfen) + H₂O (1 Tropfen),
C: RCl (einige Körnchen) + AgNO₃ (1 Tropfen) + 4M NH₄NO₃ (1 Tropfen).

Ionenaustauschharz: Dowex 1-XI (RCl-Form).

Ionen bilden, deshalb gern verwandt, weil die Färbung dieser Ionen, die sich hauptsächlich in den *beschränkten Rauminhalt* der Harzkörnchen adsorbieren lassen, bemerkenswerterweise verstärkt wird.

Dagegen wurde hier eine Art der Niederschlagsbildungsreaktionen zur Tüpfelanalyse mit Ionenaustauschharze angewandt, wobei die Empfindlichkeit von der Reaktion durch Beschränkung der Fällungsstelle an der *Grenzfläche* zwischen Harz- und Lösungsphase beträchtlich vergrößert wurde.

Als ein geeignetes Beispiel dafür wurde folgende Reaktion ausgewählt:



Wenn eine Lösung von Silbernitrat mit einem Anionenaustauschharze von RCl-Form sich berührt, werden die Nitrationen in der Lösung zuerst mit den Chloridionen von Harzphase ausgetauscht, welche sofort an der Oberfläche

Abb. 1 ist eine Skizze des Zustandes von den mit 4.37 Silberionen 20 Min nach der Mischung erhaltenen Harzkörnchen (nach Verfahren „B“), worin man eine am Rande der Harzkörnchen sich entstehende weisse Trübung gegen schwarzen Hintergrund der Tüpfelplatte entschieden deutlich erkennen kann.

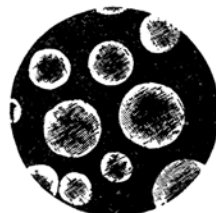


Abb. 1. Vergrössertes Bild der getrühten Harzkörnchen.

Wie man im obengenannten Beispiel klar ersieht, lässt sich diese Methode zur Niederschlagsbildung durch Ionenaustausch an der Grenzfläche zweier Phasen künftig als eine sehr geeignete empfindliche Tüpfelmethode auf die verschiedenartigen Niederschlagsbildungsreaktionen umfangreich erweitern.

Laboratorium der analytischen Chemie,
Chemisches Institut der wissenschaftlichen
Fakultät, Tokyo Universität, Tokyo

1) Vgl. M. Fujimoto, „Mikroanalyse mit Hilfe von Ionenaustauschharzen. I, II, III, IV, V und VI“, Dieses Bulletin, 27, 48, 347 (1954) sowie 29, 567, 571, 595, 600 (1956).

2) Das Zeichen, [], bedeutet die feste Phase, und, ↓, die Niederschlagsbildung.

3) Obwohl hinsichtlich der Löslichkeit schlechthin die Anwendung des Harzes von RJ-Form günstiger als die des Harzes von RCl-Form ist, ist es nicht zweckmässig, das Harz von RJ-Form zu hier erwähntem Zweck zu verwenden, da dieses beträchtlich undurchsichtig ist.