

143. Über die papierchromatographische Bestimmung von Uran

von H. Seiler, Margrit Schuster und H. Erlenmeyer.

(27. IV. 54.)

Wir hatten früher über eine halbquantitative Methode zur papierchromatographischen Bestimmung des Urans in Gegenwart von Fe^{\dots} und Cu^{\dots} berichtet¹⁾. Im folgenden beschreiben wir eine andere Arbeitsweise, bei der durch Zusatz von Na_2CO_3 erreicht wird, dass nur Uran läuft, während die anderen Ionen weitgehendst am Startfleck zurückgehalten werden. Es wird auf diese Weise möglich, nach Behandeln mit $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ den durch Uran erzeugten, scharf umrandeten Flecken planimetrisch auszuwerten und mit Hilfe von Vergleichsflecken für eine quantitative Bestimmung des Urans zu benutzen.

Versuche.

Lösungsmittel: 81 cm^3 Methyläthylketon und 0,5 cm^3 Acetylaceton werden mit 2-n. Essigsäure bis zur Mischbarkeitsgrenze versetzt; das Gemisch wird unmittelbar vor dem Versuch in den Kübel gegeben.

Die zu untersuchenden Lösungen werden mit der früher beschriebenen Mikrobürette²⁾ aufgetragen. Nach den Metallsalzen bringt man nunmehr noch auf jeden Fleck 0,004 cm^3 einer 2-n. Na_2CO_3 -Lösung; anschliessend 1 Std. trocknen an der Luft. Es wird aufsteigend chromatographiert. Laufzeit ca. 10 Std. Das Chromatogramm wird bei 40–50° getrocknet und mit einer 5-proz. $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ -Lösung besprüht.

Kontrollversuche: Die Lösungen werden hergestellt mit $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$, FeCl_3 und CuSO_4 . Für die quantitative Auswertung lief jeweils ein oberer und ein unterer Urantestwert mit. Tab. I enthält die Resultate zweier Versuche.

Tabelle I.

U in γ	Fleckengrösse in cm^2	U gef. in γ	% Fehler
10	9,86		
15	11,38	14,38	4,1
20	13,31	19,93	0,35
25	15,07		
5	6,94		
10	11,65	9,89	1,1
15	16,30	14,72	1,87
20	21,38		

¹⁾ A. Weiss, S. Fallab & H. Erlenmeyer, *Helv.* **35**, 1588 (1952).

²⁾ H. Seiler, E. Sorkin & H. Erlenmeyer, *Helv.* **35**, 120 (1952), geben auch nähere Angaben über die Arbeits- und Berechnungsweise.

Uranbestimmung in Gesteinsproben.

Die Gesteine wurden in einer Soda-Salpeter-Schmelze aufgeschlossen und in verdünnter HNO_3 aufgenommen.

I. 2,00 g Gestein \rightarrow 250 cm^3 2-n. HNO_3 -Lösung.

Das Chromatogramm ergab 10,91 γ U in 0,008 cm^3 der Lösung, d. i. 17,05%.

Die Bestimmung nach *R. Rasin-Streden*¹⁾ ergab $16,3 \pm 0,3\%$ U.

II. 0,850 g Gestein \rightarrow 100 cm^3 2-n. HNO_3 -Lösung.

Das Chromatogramm ergab 6,88 γ U in 0,02 cm^3 der Lösung, d. i. 4,04% U.

Die Bestimmung nach *R. Rasin-Streden* ergab $3,79 \pm 0,3\%$ U.

Ein qualitativer Nachweis von Uran in Gesteinen lässt sich sodann in 40–50 Min. Arbeitszeit durch Chromatographie auf einem Rundfilter in folgender Weise erbringen. Auf einem 15-cm-Rundfilter wird ein Kreis von 4 cm Durchmesser aufgezeichnet. Auf 4 Punkten des Kreises werden einzeln die Kontrollen von Fe^{3+} , Cu^{2+} , Uran und die zu untersuchende — z. B. das Gemisch der 3 Ionen enthaltende — Probe sowie auf jedem Punkt Na_2CO_3 -Lösung aufgetragen.

Durch ein kleines Loch im Zentrum des Rundfilters wird alsdann als Sauger für das Lösungsmittel ein zusammengerolltes Filterpapier gesteckt.

Das Lösungsmittel, dessen Zusammensetzung die gleiche ist wie bei dem quantitativen Versuch, befindet sich in einer 13-cm-Glasschale, auf welche das Rundfilter gelegt wird. Man stellt die Schale in eine grössere Petrischale. Nach 30–40 Min. — je nach der Temperatur — hat das Lösungsmittel den Aussenrand des Filters erreicht. Man trocknet nunmehr und besprüht mit $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ -Lösung. Die Ionen-Flecken sind scharf getrennt sichtbar.

Zusammenfassung.

Es wird eine quantitative und qualitative papierchromatographische Methode zur Bestimmung von Uran in Gesteinen beschrieben.

Universität Basel, Anstalt für anorganische Chemie.

144. Über papierchromatographische Metallionen-Trennungen.

Semiquantitative Bestimmung von Kupfer, Silber
und Quecksilber

von A. Weiss und S. Fallab.

(27. IV. 54.)

Im folgenden berichten wir über papierchromatische Versuche mit Kationen der H_2S - und $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ -Gruppe, die wir im Hinblick auf einen einfachen, systematisch verwertbaren Analysengang unternommen haben.

Als Sprühreagens verwendeten wir zuerst die für den Nachweis der Erdalkali- und Alkaliionen früher benutzte Violursäure²⁾. Da aber hierbei infolge der geringen Stärke dieser Säure nur die Metallacetate

¹⁾ Anal. chim. Acta **4**, 94 (1950).

²⁾ H. Erlenmeyer, H. von Hahn & E. Sorkin, Helv. **34**, 1419 (1951).