

**Spektrophotometrischer Nachweis von 10^{-8} g H_2O_2
in einer Verdünnung von 1:5,4 Milliarden mit Essigsäure
als Katalysator**

(Kurze Mitteilung)

Von

Alfons Krause, mitbearbeitet von **J. Sławek**

Aus dem Institut für Anorganische Chemie der Universität Poznań

(Eingegangen am 27. März 1968)

Vor kurzem wurde mitgeteilt, daß man eine 10^{-6} -proz. H_2O_2 -Lösung auf katalytischer Grundlage bestimmen kann¹, wenn man Essigsäure als Katalysator benutzt, die, wie erst kürzlich berichtet wurde², peroxidatisch als sehr wirksam zu bezeichnen ist, was bei der Indigocarminoxydation (Entfärbung) mit H_2O_2 deutlich zu erkennen war. Da diese Arbeit¹ für den Analytiker bestimmt war, so mußte man ihm eine Vergleichsprobe, eine Art Nullprobe, geben, mit welcher die Grenze der Bestimmbarkeit gesteckt werden sollte. Diese „Nullprobe“ war die sog. Blindprobe, die oftmals bei unseren katalytischen Versuchen verwendet wurde² und neben Indigocarmin und Essigsäure einen H_2O_2 -Gehalt von 0,5% aufwies.

Es ist klar, daß wir, wenn man von den analytischen Erfordernissen und Aspekten absieht, insofern zu unseren Ungunsten gearbeitet haben, als die weit tiefer liegende Grenze der noch wirksamen H_2O_2 -Konzentration bei Benutzung der erwähnten Nullprobe bisher nicht erfaßt worden war. Die hierfür erforderliche Vergleichsprobe war natürlich eine andere und bestand aus einer H_2O_2 -freien, nur CH_3COOH -haltigen Indigocarminlösung, die 3,3 mg Farbstoff in 65 cm³ Gesamtvolumen enthielt. Erst wenn mit dieser Probe eine sonst gleiche, aber H_2O_2 -haltige (äußerst verdünnte) geschwindigkeitsmäßig zusammenfiel, dann war tatsächlich die unterste Grenze der gesuchten H_2O_2 -Konzentration erreicht.

¹ A. Krause, S. Zieliński und T. Weimann, Z. analyt. Chem. **237**, 193 (1968).

² A. Krause und T. Weimann, Mh. Chem. **98**, 1941 (1967).

Die Geschwindigkeit der Indigocarminentfärbung wurde spektrophotometrisch bei einer Wellenlänge von $\lambda = 600 \text{ m}\mu$ gemessen, indem in bestimmten Zeitabständen die betr. Extinktionswerte (*Ext.*) ermittelt wurden. Die hierfür bereitgestellten Proben, die zunächst mit je 5 cm^3 konz. Essigsäure beschickt wurden, betreffen auszugsweise die folgenden: Probe I mit 1 cm^3 , Probe II mit $0,5 \text{ cm}^3$ und Probe III mit $0,1 \text{ cm}^3$ H_2O_2 -Lösung, die 0,000012prozentig war. Nach Auffüllung sämtlicher Proben auf 55 cm^3 destill. Wasser wurden sie zuletzt mit 10 cm^3 Indigocarminlösung (= $3,3 \text{ mg}$ Farbstoff) bei 37° versetzt, so daß das Gesamtvolumen jeder Probe 65 cm^3 betrug. Die Vergleichsprobe (*Vp.*) (ohne H_2O_2) hatte, wie schon erwähnt, gleiches Volumen sowie gleiche Essigsäure- und Farbstoffmenge. Nach einmaligem gründlichem Umschwenken verbleiben die Reaktionsgemische zwecks Ausführung der Messungen ohne weitere Konvektion im Wasserthermostaten bei 37° .

Tabelle 1 (auszugsweise). Peroxydatische Indigocarmin-Entfärbung bei 37° mit sehr verdünnten H_2O_2 -Lösungen (wie nachstehend) und Essigsäure als Katalysator. Angegeben sind die Extinktionswerte (*Ext.*) nach 19stdg. (a) und 21stdg. (b) Reaktionsdauer

Untersuchte Probe	<i>Ext.</i>		mg H_2O_2
	a	b	
I	0,160	0,085	0,00012
II	0,184	0,102	0,00006
III	0,212	0,120	0,000012
<i>Vp.</i>	0,226	0,130	—

Wie aus den Angaben in Tab. 1 ersichtlich, ist die in Probe III vorhandene H_2O_2 -Konzentration zwar schwach, aber immer noch deutlich wirksam, was aus einem Vergleich der Extinktionswerte von *Vp.* und III hervorgeht. Das bedeutet, daß $1,2 \cdot 10^{-8} \text{ g}$ H_2O_2 in einer Verdünnung von 1 : 5,4 Milliarden spektrophotometrisch nach der genannten katalytischen Methode noch erfaßbar sind. Die H_2O_2 -Konzentration in dieser Probe beträgt, auf die 65-cm^3 -Reaktionslösung bezogen, $1,85 \cdot 10^{-8}\%$ H_2O_2 .