

## Spektrophotometrische Untersuchung des Systems $\text{MoO}_4^{2-}$ —*o*-Methylbenzamidoxim in wäßrig-alkoholischer Lösung

Von

Kalojan Manolov und Penka Wassileva

Lehrstuhl für anorganische Chemie, Institut für Lebensmittelindustrie,  
Plovdiv, Bulgarien

Mit 3 Abbildungen

(Eingegangen am 10. März 1969)

Die Komplexbildung von  $\text{MoO}_4^{2-}$  mit *o*-Methylbenzamidoxim (*oMB*) wurde spektrophotometrisch untersucht. Die Liganden-  
zahl wurde graphisch ermittelt. Ein Komplex 1 : 3 wird gebildet  
mit der Bildungskonstante  $\lg K_3 = 5,1 \pm 0,09$ .

*Spectrophotometric Investigation of the System  $\text{MoO}_4^{2-}$ —*o*-  
Methylbenzamide Oxime in Aqueous Ethanol*

The complexation of  $\text{MoO}_4^{2-}$  with *oMB* was investigated  
spectrophotometrically. The ligand number was determined  
graphically. A complex 1 : 3 was formed. Its formation constant  
is  $\lg K_3 = 5.1 \pm 0.09$ .

Die Untersuchung der Komplexbildung von Metallionen mit Amidoximen<sup>1</sup> zeigte, daß das Ion  $\text{MoO}_4^{2-}$  eine Farbreaktion mit diesen Verbindungen gibt. Die neutrale,  $\text{MoO}_4^{2-}$  enthaltende Lösung wird nach der Zugabe von Amidoximen hellgelb; der gelbe Komplex mit *oMB* erscheint nur in einem streng definierten pH-Bereich, und zwar bei pH 7. Eine Alkalisierung oder Ansäuren verursacht ein rasches Verschwinden der Farbe. Die Zugabe von alkohollöslichen Elektrolyten wie  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ,  $\text{KBr}$  u. a., wirkt auf dieselbe Weise — die Lösung verblaßt. Die Untersuchung wurde in 50proz. Methanol durchgeführt, denn die Löslichkeit des *oMB* in Wasser ist zu gering, um den Einfluß der *oMB*-Konzentration auf die Komplexbildung prüfen zu können.

<sup>1</sup> K. Manolov, Nautschni Trudove VPI 6 (1), 81 (1968).

Es wurden  $0,1m\text{-(NH}_4)_2\text{MoO}_4$  (wäßr. Lösung) und  $0,1m\text{-oMB}$  in 50proz.  $\text{CH}_3\text{OH}$  verwendet. Drei Serien mit je konstantem Gehalt an  $\text{MoO}_4^{2-}$  und allmählich steigender Konzentration des *oMB* wurden untersucht. Zu 1,00, 1,33 und 2,00 ml  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  wurden 2,00—18,00 ml *oMB* zugefügt und

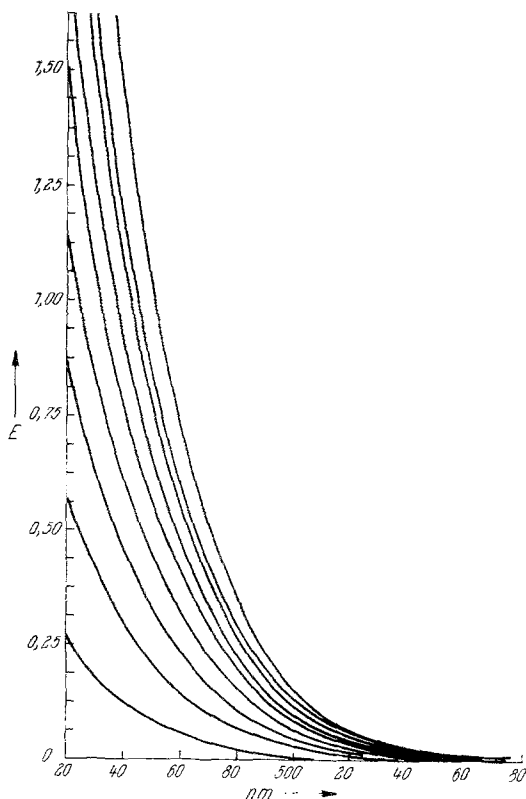


Abb. 1. Absorptionsspektren des Systems  $\text{MoO}_4^{2-}$ —*oMB*.  $C_{\text{MoO}_4^{2-}} = 10^{-2}m$ ,  
 $C_{\text{oMB}} = 10^{-2} - 9 \cdot 10^{-2}m$

mit 50proz.  $\text{CH}_3\text{OH}$  auf 20,00 ml aufgefüllt. Die Absorptionsspektren wurden mit einem SF-10 Spektrophotometer registriert. Als Kompensation diente eine Lösung, die dieselbe *oMB*-Konzentration wie die untersuchte Probe enthielt.

Die Absorptionsspektren sind in Abb. 1 dargestellt. Der Einfluß der Ligandenkonzentration ist aus Abb. 2 ersichtlich.

Bei einem beträchtlichen Überschuß von *oMB* erreicht die Extinktion ihren maximalen Wert  $E_0$ . Dies kann man benutzen, um die Konzentration des gebildeten Komplexes zu berechnen.

Wenn die logarithmische Methode von *Kingory* und *Hume*<sup>2, 3</sup> angewendet wird, ist es leicht, die Ligandenanzahl und die Totalbildungs-

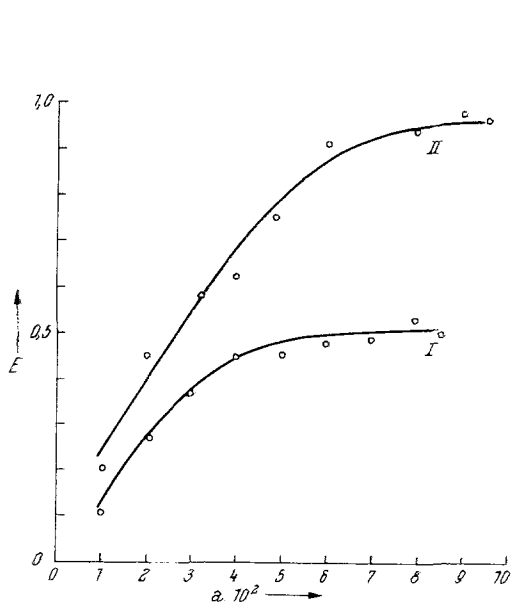


Abb. 2

Abb. 2. Einfluß der Ligandenkonzentration.

$C_{\text{MoO}_4^{2-}}$ : I:  $5 \cdot 10^{-3}m$ , II:  $6,7 \cdot 10^{-3}m$

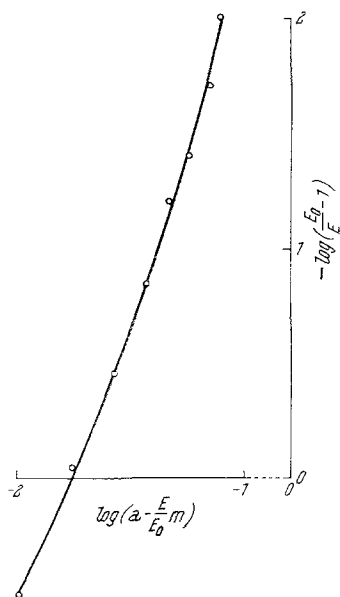
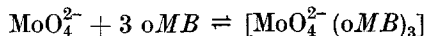


Abb. 3

Abb. 3. Bestimmung der Ligandenanzahl und der Bildungskonstante nach der logarithmischen Methode<sup>2, 3</sup>.  $C_{\text{MoO}_4^{2-}} = 5 \cdot 10^{-3}m$ ,  $\lambda = 440 \text{ nm}$ ,  $25^\circ \text{ C}$

konstante zu bestimmen. Die Experimentaldaten, in Abb. 3 dargestellt, zeigen, daß ein Komplex 1 : 3 gebildet wird. Die Bildungskonstante für die Reaktion



ist durch

$$K_3 = \frac{[\text{MoO}_4^{2-} (\text{oMB})_3]}{[\text{MoO}_4^{2-}] \cdot [\text{oMB}]^3}$$

gegeben.

Die Berechnungen für die Bestimmung der Bildungskonstante wurden bei  $\lambda = 440 \text{ nm}$  durchgeführt und ergaben  $\lg K_3 = 5,04$  für die  $\text{MoO}_4^{2-}$ -Konzentration  $10^{-2}m$  und  $\lg K_3 = 5,18$  für die  $\text{MoO}_4^{2-}$ -Konzentration  $5 \cdot 10^{-3}m$ ; daraus ergibt sich der Wert  $\lg K = 5,11 \pm 0,09$ .

<sup>2</sup> W. D. Kingory und D. N. Hume, J. Amer. Chem. Soc. **71**, 3186 (1949).

<sup>3</sup> L. Newman und D. N. Hume, J. Amer. Chem. Soc. **79**, 4571 (1957).