Kurze Mitteilungen

Bestimmung von Barium und Chromat durch flammenphotometrische Fällungstitation

Determination of Barium and Chromate by Flame-Photometric Precipitation Titration

Best. von Barium und Chromat; Flammenphotometrie; Fällungstitation als BaCrO_4

I. Sarudi, Jr.

Laboratorium der Staatsgüter, Székesfehérvár/Csala, Ungarn

Eingegangen am 7. Dezember 1972;
neue Fassung 10. April 1973

Zur Bestimmung von Barium bzw. Chromat haben wir die Fällungstitation als BaCrO_4 verwendet, wobei der Endpunkt flammenphotometrisch angezeigt wird:

Gleiche Volumina der Probelösung mit 0,25–0,80 mM Ba^{2+} gibt man in 50 ml-Zentrifugenröhrchen, versetzt mit je 5 ml essigsaurer Ammoniumacetatlösung (jeweils 1 Mol/l), gibt in die einzelnen Röhrchen steigende Mengen 0,05 M Ammoniumchromatlösung (1–3 ml), füllt auf 50 ml auf, läßt 20 min stehen, zentrifugiert 10 min bei 1300 U/min und mißt die relative Emission der klaren Flüssigkeit. Bei Abwesenheit von K^+ , Rb^+ , Cs^+ wurde das Interferenzfilter Cs_{860} benutzt, bei Gegenwart dieser Ionen das Filter Ba_{554} (Gerät: Spektronom-380 L; H_2 -Druck 0,30 kp/cm²; O_2 -Druck 1,0 kp/cm²). Aus den gemessenen Werten ergibt sich die Titrationskurve.

Die Chromatbestimmung erfolgt analog. Der maximale Fehler beträgt $\pm 2\%$. Phosphat, Aluminium und Schwermetallionen stören. Alkali- und Erdalkalitionen erhöhen in größeren Mengen die Hintergrundstrahlung und beeinträchtigen dadurch die Empfindlichkeit.

Dipl. Ing.-Chem. I. Sarudi, Jr.
Szeder u. P/13; 3. Lépcső
Székesfehérvár, Ungarn

Extraction-Photometric Determination of Titanium(IV) by Synergism with Pimelyl-bis-N-phenylhydroxamic Acid

Extraktionsphotometrische Bestimmung von Titan(IV) aufgrund synergistischer Wirkung mit Pimelyl-bis-N-phenylhydroxamsäure

Best. von Titan(IV) mit Pimelyl-bis-N-hydroxamsäure; Spektralphotometrie; synergist. m. NH_4SCN

Nripendra Nath Ghosh and Dilip Kumar Sarkar

Department of Inorganic Chemistry, University College of Science

Calcutta-9, India

Received December 12, 1972; revised April 7, 1973

Determination of titanium(IV) has been made spectrophotometrically by synergistic extraction with pimelyl-bis-N-phenylhydroxamic acid (R_pH_2) and NH_4SCN into chloroform. Although NaN_3 may be used in place of NH_4SCN for such extraction, NH_4SCN has been preferred—since it leads to a greater extinction of the extract.

Measurements are taken at 410 nm (shoulder-absorption curves). Absorption due to the ligand

R_pH_2 is negligible at this wavelength. As such organic reagents have absorption at lower wavelengths i.e. U.V. region, the measurement at comparatively higher wavelength has been preferred. Beer's law is obeyed—the optimum range is 1 to 6 ppm, i.e. 25 μg to 150 μg in the 25 ml of the chloroform extract. Large excesses of Mg^{2+} , Zn^{2+} , SO_4^{2-} , Ac^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, H_2PO_4^- and EDTA do not interfere. 3 moles of Fe^{3+} , Zr^{4+} , Cu^{2+} , UO_2^{2+} and F^- per mole of Ti(IV) can be tolerated. Small amounts of vanadate and molybdate interfere. The molar extinction coefficient of the complex at 410 nm is 5700 ± 20 . Sensitivity (Sandell) is 0.0084 μg of Ti(IV) per cm^2 . It is interesting to note that at lower ligand concentrations higher O.D. values are obtained, which are found to decrease on increasing ligand concentration to a constant value.

Experimental

Reagents. The ligand R_pH_2 was prepared following the method described earlier [1]. A freshly prepared 0.4% ligand solution in chloroform and 25% aqueous solution of NH_4SCN were used. The concentration of Ti(IV) solution in 6 N HCl was 1.0×10^{-3} M.

Apparatus. Optical densities were measured with a Hilger spectrophotometer (UVISPEK) using 1 cm quartz cell.