Kurze Mitteilungen

Micro-Determination of Iron(III) by Complexometric Titration Using Solochrome Azurine B.S. as Indicator

Mikrobestimmung von Eisen(III) durch komplexometrische Titration mit Solochromazurin B. S. als Indikator

C. L. SHARMA

Dept. of Chem., University of Roorkee/India

Received January 17, 1972

Solochrome azurine B.S. has been used as an indicator for the complexometric determination of iron(III) by EDTA titration. The dye reacts with Fe(III) in the pH range 2 to 4 to form a deep blue complex. This reagent has the advantages of being very sensitive and less liable to interferences than other methods. Co^{3+} , Ni^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Al^{3+} and Th^{4+} which interfere in the case of salicylic acid, tiron, variamin blue and pyrocatechol violet do not interfere in this present method. Besides, it gives a very sharp end point unlike some of the well known reagents where the end point drags on.

An aliquot of ferric nitrate solution (0.25 M to 0.0005 M) was taken into a 250 ml conical flask, 2 ml of 0.05% indicator solution was added and then the pH of the solution was adjusted at 2 to 4 using sodium hydroxide or nitric acid. The solution was warmed to 40–50°C and then titrated with 0.01 M EDTA until the colour changed from dark blue to brown or light violet.

1 ml 0.01 M EDTA $\equiv$ 0.5585 mg.

The temperature must not be raised above 50°C to avoid hydrolysis. The colour change at the end point was affected by the concentration of iron because of the yellow colour of iron(III) EDTA complex. The solution at the end point was colourless only at very low concentrations of iron(III).

Solutions containing known amounts of iron(III) (0.1117 g/l) and varying amounts of foreign ions were prepared and Fe(III) determined by the usual method. Na^+ , K^+ , Rb^+ , Tl^+ , Ag^+ , Mn^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Pd^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , Be^{2+} , Mg^{2+} , Cd^{2+} , La^{3+} , Sm^{3+} , Ga^{3+} , In^{3+} , Bi^{3+} , Cr^{3+} , As^{3+} , Sb^{3+} , Al^{3+} , Th^{4+} , Ti^{4+} , Pt^{4+} , Ce^{4+} , Te^{6+} , F^- , Cl^- , Br^- , I^- , ClO_4^- , NO_2^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} ions do not interfere with the determination even when present in a hundred times the ferric concentration. $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ and VO_2^{2+} also do not interfere if their concentration is kept less than half of the ferric ions to be determined. However, Cu^{2+} ,

Zn^{2+} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, CH_3COO^- were found to interfere even in traces.

The author is thankful to Prof. Wahid. U. Malik, Head of the Chemistry Department, and Dr. S. N. Tandon for providing all the facilities.

Dr. C. L. Sharma
Dept. of Chemistry
University of Roorkee
Roorkee, U.P., India

Erfahrungen beim Aufschluß von Ferrolegierungen im Platintiegel

Experiences with the Melting Fusion of Ferrous Alloys in a Platinum Crucible

K. OHLS und G. RIEMER

Forschung und Qualitätskontrolle
der Hoesch Hüttenwerke AG, Dortmund

Eingegangen am 27. Januar 1972

Zum Aufschluß von diversen Ferrolegierungen werden immer wieder Tiegel aus Reinnickel, Sinterkorund oder Siliciumcarbid empfohlen, deren Handhabung und Standzeiten im Vergleich zum Pt-Tiegel (beim Aufschluß oxidischer Materialien) völlig unbefriedigend sind.

Allgemein lassen sich auch Ferrolegierungen in Pt-Tiegeln ohne zerstörende Legierungsbildung aufschmelzen, wenn durch einen Trick das mögliche Legieren des Tiegels mit dem Probegut verhindert wird: durch die Zugabe von MgO zum Aufschlußgemisch. MgO bildet dabei eine Schutzschicht auf der Tiegelwand. Häufig benutzte Pt-Tiegel werden dann in der Regel durch Versprödung nur an den Seitenwänden rissig; Bodenlöcher und somit ein dadurch bedingter Materialverlust treten nicht mehr auf.

Am Beispiel der Legierungen FeSi, SiMn, CaSi und AlSiCa, die zur Miterfassung von SiO_2 und SiC aufgeschlossen werden müssen, wurden die Standzeiten der verwendeten Pt-Tiegel (Pt-Ir) beim Aufschluß mit 1200°C oder direkt über dem Brenner mit dem — auch für andere Ferrolegierungen brauchbaren — Aufschlußgemisch:

7 g Na_2CO_3 + K_2CO_3 (1:1) und 100 mg MgO
bei 0,25 g Probegut