Dichrometric Titration of Uranium(IV)

Dichrometrische Titration von Uran(IV)

Best. von Uran(IV); Volumetrie; Titration mit Dichromat

V. V. S. Eswara Dutt and N. Venkateswara Rao

Andhra University, Waltair, India

Received July 11, 1972; revised November 18, 1972

Recently Muralikrishna [1] has reported on the dichrometric titration of uranium(IV) using ferroin as indicator in 4.0–5.5 M H_2SO_4 solution or 6.5–8.5 M H_3PO_4 [+ 1 ml of 0.1 N V(IV)] medium. Our investigations have now shown that the titration can also be carried out at lower acid concentrations.

Procedure. To the sample solution containing 0.25 to 1.0 mmoles of U(IV) sulphate add enough sulphuric acid to give an overall acidity of 2–4 M at the end-point and 0.1 ml of 0.01 M ferroin solution. Dilute to 50 ml and titrate

with 0.1 N dichromate solution, waiting at the end for 10–15 sec after each addition. A sharp colour change from orange red to pale green is obtained.

The titration can also be performed in 2–4 M HCl or 4–6 M H_3PO_4 medium. Reverse titration is possible as well. Results are well comparable to those of other methods.

In media of higher acidity addition of fluoride is required to assure a satisfactory end-point.

Acknowledgement. We are grateful to the Council of Scientific & Industrial Research, India, for the award of a Senior Research Fellowship to one of us (V. V. S. E. D.).

Reference

1. Muralikrishna, U.: Ph.D. Thesis, Andhra University, Waltair, India; 1968, p. 46, 53.

Dr. N. Venkateswara Rao
Department of Chemistry
Andhra University
Waltair, India

Analytische Verwendung von ternären Molybdänphosphatkomplexen

Untersuchung der thermischen Eigenschaften
mit dem Derivatographen

Analytical Use of Ternary Molybdophosphate Complexes. Investigations of the Thermal Properties by Means of the Derivatograph

Untersuchung der Molybdänphosphatkomplexe von Zirkonium, Thorium; Thermogravimetrie; analytische Verwendung

Béla Lóránt

Institut für Lebensmittelkontrolle und Chemie
der Hauptstadt Budapest, Ungarn

Direktor: Dr. Ing. Ödön Vajda

Eingegangen am 10. Juli 1972; neue Fassung 22. März 1973

Murata und Ikeda [3] haben ternäre Titan(IV)-, Zirkonium(IV)- und Thorium(IV)-Komplexe der Molybdänphosphorsäure hergestellt, die mit Pyridin gelbe, im Wasser unlösliche Salze bilden [2], und zur Trennung dieser Elemente geeignet sind, auch wenn sie in Spurenmengen vorkommen. Thermogravimetrisch wurde festgestellt, daß die Komplexsalze ihren Pyridingehalt bis zu 400°C verlieren.

Nach unseren Versuchsergebnissen können auch Salze mit anderen organischen Basen hergestellt

werden. So wurden mit Chinolin, Isochinolin, α , α' -Dipyridyl und o-Phenanthrolin gelbe oder gelblich-grüne Niederschläge folgender Zusammensetzung erhalten:

Es ist anzunehmen, daß auch ähnliche Titanverbindungen existieren. Die Löslichkeit dieser Komplexe in Wasser ist geringer als die der Pyridinsalze. Die Abscheidung der Niederschläge ist besser, wenn man diese vor der Filtration einige Stunden lang stehenläßt; sie werden dadurch oft kristallinisch. Die Niederschläge sind auch zur Bestimmung der Basen geeignet.

Durch Thermogravimetrie konnte festgestellt werden, daß der Basengehalt nicht in jedem Falle genau der Formel entspricht, sondern davon um $\pm 5\%$ abweichen kann, was bei der analytischen Verwendung zu berücksichtigen ist. Die Phosphormolybdänsäure-Abkömmlinge kann man in phosphathaltiger Lösung leicht herstellen; der Fehler ist vermeidbar, wenn ein aliquoter Teil des Niederschlages thermogravime-