

Zusammenfassung

Es wird ein Verfahren zur quantitativen papierchromatographischen Bestimmung fluoreszierender Flavine beschrieben. An Hand der Riboflavinbestimmung wird seine Brauchbarkeit gezeigt.

Literatur

¹ FUJITA, A., and K. MATSUURA: *J. Biochemistry (Japan)* **37**, 445 (1950). —
² GASSMANN, B.: *Nahrung* **4**, 140 (1960); vgl. diese Z. **182**, 122 (1961). — ³ JAGL, K.:
J. Biochemistry **38**, 161 (1951). — ⁴ JANSEN, A. P.: *Recueil Trav. Chim. Pays-Bas*
69, 1275 (1950); vgl. diese Z. **135**, 466 (1952).

Dr. E. KOVÁCS, Biochemisches Institut der Medizinischen Universität,
Szeged, Beloiannisz tér 9 (Ungarn)

Department of Chemistry, University of Rajasthan, Jaipur (India)

Amperometric Titration of Zirconyl Chloride with Potassium Ferrocyanide

By
J. N. GAUR

With 1 Figure in the Text

(Received July 16, 1962)

The common ferrocyanide salts give solutions of alkaline reaction, and are expected to precipitate solutions of zirconium compound. WEIBULL² has reported that the precipitate obtained on adding a solution of potassium ferrocyanide to a solution of zirconyl chloride has the composition $(ZrO)_2Fe(CN)_6$, with ten molecules of water of hydration. VENABLE and MOEHLMANN¹ were able to obtain only precipitates of higher zirconia content, and these precipitates varied in composition with the zirconium concentration in the mother liquor. One of their compositions obtained at the ordinary temperature corresponded to the formula $(ZrO)_2Fe(CN)_6 \cdot ZrO_2 \cdot H_2O$. The results of amperometric titrations of zirconylchloride with potassium ferrocyanide have been incorporated in the present communication.

Experimental

The manual polarograph arrangement was used for carrying out the titrations. Vernier Potentiometer ('Pye' make) was used as a potential divider, the current was measured by a freely suspended reflecting galvanometer (sensitivity at 1 meter radius $1,500 \text{ mm}/\mu\text{A}$ with a current constant of $6.7 \times 10^{-10} \text{ A/mm}$). Capillary

('Sargent' make) with a bore of 0.03 mm and a drop line of 2–3 sec was used for dropping mercury. KCl-solution was used as a supporting electrolyte with a 0.05% solution of gelatine as maximum suppressor.

The titrations were carried out at $E_{d,e} = -1.8$ V against a mercury pool electrode. Nitrogen was bubbled through the cell after each addition; this ensured a thorough mixing of the reactants and removing of oxygen from the mixture. The diffusion current obtained after each addition of the titrant was corrected for a small dilution effect by multiplying the desired value by the factor $(V+v)/V$, where v is the volume of the titrant added upto a given stage, and V is the originally taken volume of the solution to be titrated. The titrations were performed at different concentrations of the reactants. The results have been included in the Table Fig.1 shows some titration graphs.

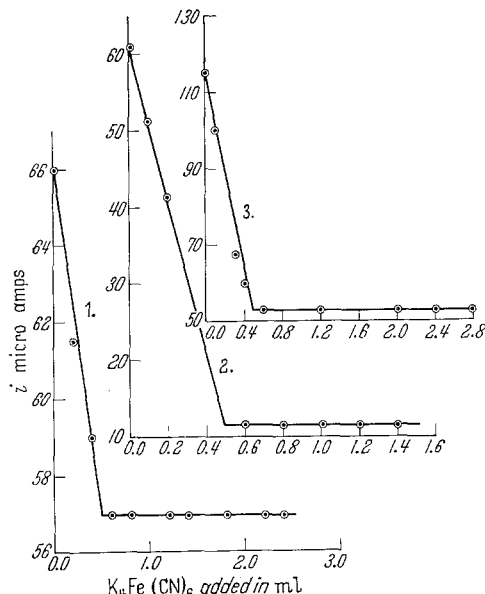


Fig. 1. Amperometric titrations zirconyl chloride with potassium ferrocyanide

Table. Amperometric Titration of Zirconyl Chloride with Ferrocyanide

No.	Concentration ratio	ZrOCl ₂ solution	K ₄ Fe(CN) ₆ solution required	Ratio at the equivalent point	Compound formed
1	0.01 M ZrOCl ₂ and 0.1 M K ₄ Fe(CN) ₆	10	0.5	2:1	(ZrO) ₂ Fe(CN) ₆
2	0.005 M ZrOCl ₂ and 0.1 M K ₄ Fe(CN) ₆	20	0.5	2:1	(ZrO) ₂ Fe(CN) ₆
3	0.005 M ZrOCl ₂ and 0.05 M K ₄ Fe(CN) ₆	10	0.5	2:1	(ZrO) ₂ Fe(CN) ₆ (curve 3, Fig.1)
4	0.004 M ZrOCl ₂ and 0.04 M K ₄ Fe(CN) ₆	10	0.5	2:1	(ZrO) ₂ Fe(CN) ₆
5	0.002 M ZrOCl ₂ and 0.02 M K ₄ Fe(CN) ₆	10	0.5	2:1	(ZrO) ₂ Fe(CN) ₆ (curve 2, Fig.1)
6	0.001 M ZrOCl ₂ and 0.01 M K ₄ Fe(CN) ₆	10	0.5	2:1	(ZrO) ₂ Fe(CN) ₆ (curve 1, Fig.1)

From the Table it is clear that with all dilutions the formation of the compound (ZrO)₂Fe(CN)₆ is indicated. This shows that zirconyl chloride and potassium ferrocyanide react in the equivalent ratio of 2:1. The reaction affords a sensitive method for the estimation of zirconium.

Summary

Amperometric titrations of zirconyl chloride with potassium ferrocyanide have been carried out by the dropping mercury electrode at a potential of -1.8 V. The reaction of the two compounds takes place in the ratio of 2:1 with the formation of $(ZrO)_2Fe(CN)_6$. This affords a sensitive method for the estimation of zirconium in zirconyl solutions.

Zusammenfassung

Amperometrische Titrationen von Zirkonylchlorid mit Kaliumhexacyanoferrat(II) wurden mit Hilfe der Quecksilbertropfenelektrode bei einem Potential von $-1,8$ V durchgeführt. Die beiden Verbindungen reagieren miteinander im Verhältnis 2:1, wobei $(ZrO)_2Fe(CN)_6$ gebildet wird. Diese Reaktion ermöglicht eine empfindliche Zirkoniumbestimmung in Zirkonyllösungen.

References

¹ VENABLE, F. P., and E. O. MOEHLMANN: J. Amer. chem. Soc. **44**, 1705 (1922). — ² M. WEIBULL: Acta Univ. London II, **18**, V. 53 (1881).

J. N. GAUR, M. Sc., Ph.D., F.R.I.C.,
Department of Chemistry, University of Rajasthan, Jaipur (India)

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

I. Allgemeine analytische Methoden, Apparate und Reagentien

Literatur. W. I. PERELMAN, *Taschenbuch der Chemie*. 2. Aufl. XVIII, 916 Seiten mit 37 Abb. VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin 1959. Preis Kld. DM 36,—.

Unter Mitarbeit von W. ZAMEITAT vermittelt der Verfasser dem Leser die wichtigsten Daten besonders organischer Verbindungen, ihrer Polymere und Kondensationsprodukte. In den letzten Kapiteln werden Tabellen der Maßeinheiten, mathematischen Formeln sowie Daten und Umrechnungsfaktoren der analytischen Chemie zusammengestellt, so daß dieses Taschenbuch für den Betriebschemiker ein unentbehrliches Nachschlagewerk darstellt. O. FUCHS

W. SCHUHKNECHE, *Die Flammenspektralanalyse, Grundlagen und Verfahren von Flammenphotometrie und Flammenspektrographie*, VII, 258 Seiten mit 41 Abbildungen und 67 Tabellen. Ferdinand Enke-Verlag Stuttgart 1960. Preis geh. DM 65,50, Ganzleinen DM 69,—.

Die vorliegende Monographie über die Flammenspektralanalyse ist als 48. Band in der Reihe „Die chemische Analyse“, herausgegeben von G. JANDER, erschienen. Die ganze Anlage des Bandes läßt die große Erfahrung des Verfassers erkennen, der zu den Wegbereitern der Flammenphotometrie sowohl in apparativer als auch in methodischer Hinsicht gehört. Im ersten Teil wird der Leser eingehend mit den verschiedenen Brennertypen vertraut gemacht. Die Gasgemische zum Betrieb der Brenner werden mit ihren Vor- und Nachteilen in Abhängigkeit von der Brennerart