

Maßanalytische Bestimmung von Jod nach Th. Leipert.¹⁾

Diese Bestimmung wurde ursprünglich nach folgendem Prinzip durchgeführt: Die in einem Platinschiffchen eingewogene Substanz wurde im Perlenrohr verbrannt; das Perlenrohr war mit halogenfreier Sodalösung beschickt (ohne Sulfitzusatz). Nach dem Ausspülen des Rohres wurden die in einem Erlenneyerkolben vereinigten Waschwässer schwach angesäuert, dann mit Bromwasser versetzt, wodurch das gesamte Jod zu Jodsäure oxydiert wurde. Das überschüssige Brom wurde mit Wasserdampf vertrieben, nach dem Abkühlen der Lösung Natriumjodid zugefügt und das ausgeschiedene Jod mit $n/100$ Natriumthiosulfatlösung titriert. Es gelangen für ein Atom Jod der Substanz sechs Atome Jod zur Titration, wodurch, abgesehen von der Genauigkeit der jodometrischen Titration, die Methode eine weitere Verfeinerung erfährt.

Ausführung der Bestimmung. Th. Leipert hat nach einer privaten Mitteilung die Jodbestimmung in Anlehnung an die Versuche von F. Vieböck und C. Brecher²⁾ abgeändert. Diese abgeänderte Bestimmung wird nachstehend beschrieben: In das gereinigte, trockene Perlenrohr (s. S. 91) werden einige Kubikzentimeter einer 5%igen Natronlauge aufgesaugt, bis alle Perlen benetzt sind; den Überschuß läßt man abfließen und verwirft ihn. Das über das Perlenrohr gestülpte Reagenzglas bleibt leer. Die Aufstellung der Apparatur ist dieselbe wie auf S. 93 beschrieben. Die Einwaage der Substanz (3 bis 6 mg) erfolgt im Verbrennungsröhrchen; die Durchführung der Verbrennung ist die gleiche wie bei der Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung (s. S. 45). Nach Abschluß der Verbrennung überzeugt man sich, ob das gesamte, elementar abgeschiedene Jod von der Lauge aufgenommen wurde. Zeigt sich vor der Perlenschicht ein Belag, erhitzt man mit dem Bunsenbrenner bis dieser in die Lauge sublimiert und verschwindet.

Während des Abkühlens des Verbrennungsröhres im Sauerstoffstrom bereitet man sich eine Lösung von 1 g reinem Natriumacetat in 10 ccm Eisessig und eine zweite Lösung von 1 g Natriumacetat in wenig Wasser vor. Beide Lösungen müssen vollkommen klar sein, es darf keine Spur ungelösten Materiales in der Lösung sein oder an der Wandung haften.

Nach dem Abkühlen des Rohres werden Verbrennungsröhrchen, Platinkontakt und Drahtnetzrollen entfernt, dann das

¹⁾ Mikrochemie, Pregl-Festschrift S. 266 (1929).

²⁾ B.63, 3207 (1930).

Verbrennungsrohr vom Gestell genommen. Man nimmt 2 bis 3 ccm der Acetatlösung in Eisessig, fügt 2 bis 3 Tropfen Brom dazu und leert die Bromlösung in das weithalsige Reagenzglas. Die Lösung wird nun in das Perlenrohr aufgesaugt (Mundstück), bis alle Perlen und ein 10 mm langes Stück darüber benetzt sind. Dann wird die Mündung des Verbrennungsrohres mit dem Finger verschlossen, die Schnabelspitze in ein 100 ccm fassendes Erlenmeyerkölbchen gebracht und der Inhalt darin entleert. Das Ausspülen des Perlenrohres erfolgt mit Wasser nach der auf S. 93 beschriebenen Methode; sämtliche Waschwässer werden im Erlenmeyerkolben gesammelt. Zu der im Erlenmeyerkolben befindlichen Flüssigkeit gibt man die vorbereitete wäßrige Natriumacetatlösung und läßt dann einen Tropfen Ameisensäure längs der Wandung zufließen. Man schüttelt um und wartet einige Sekunden. Ist noch Brom vorhanden, gibt man einen zweiten Tropfen Ameisensäure zu und so fort. Ist schließlich (nach 2 bis 4 Tropfen Ameisensäure) das überschüssige Brom entfernt und die Lösung vollkommen klar, überzeugt man sich durch den Geruch, ob noch Bromwasserstoff vorhanden ist. Ist dies nicht mehr der Fall und nur der Geruch von Ameisensäure wahrnehmbar, wartet man zur Sicherheit noch einige Minuten, fügt dann etwas verdünnte Schwefelsäure und einige Kubikzentimeter einer 5%igen Natriumjodidlösung zu. Man schwenkt um, deckt das Kölbchen zu und titriert nach 5 Minuten das ausgeschiedene Jod mit n/100 Natriumthiosulfat. Über Normallösungen und Titration siehe S. 175.

Bei dieser Bestimmung ist streng darauf zu achten, daß tatsächlich in beiden Lösungen das Natriumacetat restlos gelöst ist. Es kommt sonst zur Bildung von Bromat, wodurch das Titrationsergebnis gestört wird.

Es ist ratsam, vor der Bestimmung mit den zur Verwendung gelangenden Reagentien einen Blindversuch auszuführen. Es kann vorkommen, daß das Natriumacetat nicht rein genug oder das Brom etwas jodhaltig ist. Sollte sich bei Anwendung der gleichen Mengen ein Blindwert ergeben (in der Regel ist dies nicht der Fall), so muß dieser vom Resultat der Titrationen in Abzug gebracht werden.

Die Methode wurde mehrfach überprüft und hat sehr gute Resultate ergeben. Die Fehlergrenze kann mit $\pm 0,2\%$ angegeben werden, doch sind Werte innerhalb $0,1\%$ nicht selten.

Zur Berechnung der Analyse dividiert man den Verbrauch an n/100 Natriumthiosulfat durch 6.

$$\log. \% J = 10356 + \log. (\text{ccm } n/100 \text{ Thiosulfat}) + \\ + (1 - \log. \text{Substanzeinwaage}).$$