

Beobachtungen über die Haltbarkeit jodometrischer Titerlösungen.

Von Karl L. Wagner.

Im folgenden teile ich einige gelegentliche Beobachtungen mit, die ich betreffs der Haltbarkeit der Lösungen von Kaliumbichromat, Kaliumchromat, Kaliumbromat und Kaliumbijdodat gemacht habe. Diese Substanzen finden bekanntlich — neben anderen — zur Titerstellung von Thio-sulfatlösungen in der Jodometrie Verwendung.

Alle vier Salze waren Kahlbaum'sche Präparate. Die beiden ersten wurden dreimal umkristallisiert und als feines Kristallmehl scharf abgesaugt. Jene Partien, welche direkt am Filter anlagen, wurden verworfen. Nachher wurden sie auf dem elektrischen Lichtbad erhitzt und als trockenes Pulver im Exsikkator über konzentrierter Schwefelsäure aufbewahrt. Das Bromat wurde nach zweimaligem Umkristallisieren ohne Erhitzen getrocknet. Das Bijdodat wurde nach J. Wagner (Z. f. anorg. Chem. **19**, 440) gereinigt, indem es nach einstündigem Schütteln mit destilliertem Wasser abgesaugt und noch dreimal mit Wasser nachgewaschen wurde. Auch diese beiden Salze wurden im Exsikkator über konzentrierter Schwefelsäure verwahrt.

Bei der Herstellung der Lösungen und der Ausführung der Titrationsen wurde, wie üblich, verfahren, die verwendeten Maßkolben, Pipetten und Büretten waren auf 1^o/₁₀₀ genau. als Indikator diente „Lösliche Stärke“ von Kahlbaum.

Mitte Juli 1917 waren durch direkte Einwage folgende Titerlösungen hergestellt worden:

0.05 n—K ₂ Cr ₂ O ₇	2.4516	} Gramme im Liter.
0.05 n—K ₂ Cr O ₄	3.2366	
0.05 n—K Br O ₃	1.3918	
0.1 n—K H (JO ₃) ₂	3.2496	

Eine ungefähr ¹/₁₀ n-Thiosulfatlösung, welche zirka zwei Wochen früher hergestellt worden war, wurde mit obigen Lösungen gestellt. Es ergaben sich folgende Titer:

Mit Bichromat	0.0975?	} Mittel 0.0977.
	977	
	978	
	977	
Mit Chromat	0.0978	
Mit Bromat	0.0980	
Mit Bijdodat	0.0978	
	0.0979	

Sehen wir von dem ersten der obigen Werte (0·0975) ab, so liegen alle Titer zwischen 0·0977 und 0·0980, also innerhalb zirka 3‰, das Bichromat liefert den kleinsten, das Bromat den höchsten Wert, die Reihenfolge ist

Bichromat < Chromat < Bijodat < Bromat.

Die Beobachtung von J. Wagner (l. c. 446), daß das Bichromat einen im Vergleiche zu den anderen drei Salzen um etwa 4‰ höheren Wirkungsgrad hat, konnte ich in dieser Form nicht bestätigen, aber es ist bemerkenswert, daß es doch unter den studierten Oxydationsmitteln an erster Stelle steht.

Obige vier Lösungen wurden nun weiterhin in Jenaer Flaschen mit eingeschliffenem Stopfen im Dunkeln aufbewahrt, desgleichen die Thiosulfatlösung in einer Flasche aus böhmischem Glas.

Nach vier Monaten

wurde der Titer der letzteren wieder mit den alten Lösungen bestimmt und es ergaben sich folgende Werte:

Mit Bichromat	0·0974, 0·0973
Mit Chromat	0·0974
Mit Bromat	0·0976
Mit Bijodat	0·0975

Der Titer der Thiosulfatlösung hatte also in den vier Monaten abgenommen, sein Wert liegt zwischen 0·0973 und 0·0976, also wieder innerhalb etwa 3‰, das Bichromat liefert wieder den kleinsten, das Bromat den höchsten Wert und die Reihenfolge bleibt:

Bichromat < Chromat < Bijodat < Bromat.

Um zu sehen, ob sich nicht etwa während der vier Monate auch die Titerlösungen selbst geändert hätten, wurde eine neue 0·05 n-Bichromatlösung aus dem gleichen Präparat hergestellt. Mit dieser ergab sich ein Wert von 0·0974 in Uebereinstimmung mit dem früheren. Sonach waren diese Lösungen unverändert geblieben. Sie wurden weiterhin im Dunkeln aufbewahrt.

Mitte Januar 1922, also nach weiteren vier Jahren und elf Wochen, wurden obige Lösungen wieder zum Stellen einer neuen, verdünnteren Thiosulfatlösung verwendet, wobei folgende Werte sich ergaben:

Mit Bichromat	0·01783
Mit Chromat	0·01772
Mit Bromat	0·01785
Mit Bijodat	0·01773

Die Werte für den Titer liegen zwischen 0·01772 und 0·01785' der Unterschied ist also auf 7‰ gestiegen. Das

Bromat hat zwar seinen letzten Platz behalten, aber die Reihenfolge der übrigen hat sich geändert, sie ist jetzt:

Chromat < Bijodat < Bichromat < Bromat.

Man wäre versucht anzunehmen, daß sich die Chromatlösung am wenigsten, die Bromatlösung am meisten zersetzt hat. Ein Vergleich mit einer neuerlich frisch hergestellten 0.05 n-Bichromatlösung aus dem gleichen Präparat lehrt jedoch, daß dieser Schluß übereilt wäre. Es ergab sich nämlich damit ein Titer von 0.01787, ein Betrag, der um $2\frac{0}{100}$ höher liegt als der mit der vier Jahre alten Lösung. Es ist somit der Bichromatgehalt der alten Lösung im Verlaufe dieser Zeit nicht nur nicht kleiner geworden, er hat im Gegenteil sogar um einen geringen Betrag zugenommen. Dies ist erklärlich, wenn man annimmt, daß zwischen Flaschenhals und Stopfen (dieser war natürlich nicht eingefettet!) etwas Wasser im Verlaufe der Jahre verdunstet ist. Diese geringe Verdunstung des Lösungsmittels hängt nun unter den gegebenen Bedingungen von schwer zu kontrollierenden Faktoren ab, und so dürfte meines Erachtens die obige, nach vier Jahren erhaltene Reihenfolge eine zufällige sein. Jedenfalls spricht das gefundene Resultat dafür, daß man bei genügender Reinheit der Ausgangsprodukte, bei reinlicher Darstellung der Lösungen und bei sorgfältigem Verwahren derselben im Dunkeln nicht zu befürchten braucht, daß sie sich mit der Zeit von selbst zersetzen, also ihren wirksamen Sauerstoffgehalt allmählich verlieren.



Robert W. Raudnitz.

Von Professor Dr. Rudolf Fischl.

Es ist noch nicht allzulange her, daß ich meinem verblichenen Lehrer und Meister Alois Epstein den Nachruf gehalten habe, und schon wieder ruft mich die schmerzliche Pflicht, einem vor wenigen Tagen aus dem Leben geschiedenen langjährigen Kollegen und Freunde, Professor Robert Raudnitz, Worte der Erinnerung zu widmen.

Die kraftvolle originelle Persönlichkeit Robert Raudnitz' weilt nicht mehr unter uns, und sein Tod hat eine klaffende Lücke in unsere ohnehin schon stark gelichteten Reihen gerissen.

Unwillkürlich drängt sich ein Vergleich zwischen diesen beiden hervorragenden Vertretern der Paediatrie auf. Epstein, aus ärmlichsten Verhältnissen entsprungen, hat sich durch zielbewußte Energie, unterstützt von günstigen äußeren Umständen, in verhältnismäßig jungen

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Lotos - Zeitschrift fuer Naturwissenschaften](#)

Jahr/Year: 1921

Band/Volume: [69](#)

Autor(en)/Author(s): Wagner Karl L.

Artikel/Article: [Beobachtungen über die Haltbarkeit jodometrischer Titerlösungen 287-289](#)