

Über die jodometrische Bestimmung der Tellursäure.

Von A. Gutbier und F. Resenscheck.

Aus dem chemischen Institut der Universität Erlangen.

Obwohl man in dem Hydrazinhydrat ein ausgezeichnetes Reduktionsmittel für die Tellursäure besitzt¹⁾ und mit Hilfe dieses Reagenses sehr schöne gewichtsanalytische Bestimmungen der Tellursäure — durch Wägung des abgeschiedenen Tellurs — auszuführen imstande ist, schien es uns doch wünschenswert, eine einfache Methode auszuarbeiten, nach welcher sich die Tellursäure auch auf indirektem Wege analysieren lassen würde.

Von der Tatsache ausgehend, daß diejenigen Verbindungen, in welchen das Tellur die Rolle eines sechswertigen Elementes spielt, durch Erwärmen mit konzentrierter Salzsäure unter Chlorentwicklung zu vierwertigen Tellurverbindungen reduziert werden, versuchten wir durch Anwendung der jodometrischen Bestimmungsmethoden unseren Zweck zu erreichen und wollen hier die Resultate unserer Untersuchungen kurz mitteilen.

F. A. Gooch und J. Howland²⁾ haben bekanntlich gezeigt, daß die Tellursäure durch Jodkalium in saurer Lösung energisch reduziert wird; die titrimetrische Bestimmung des abgeschiedenen Jodes ließ aber erkennen, daß die Reduktion in jedem Falle weiter als nur bis zur Bildung von telluriger Säure gehe, und daß aus diesem Grunde eine maßanalytische Bestimmung der Tellursäure auf diesem Wege nicht ausführbar ist.

Bessere Resultate erhielten die genannten Forscher bei der Anwendung von Bromkalium, so daß sie schließlich dieses Reagens

¹⁾ A. Gutbier, Ber. d. deutsch. chem. Ges. 34, 2724.

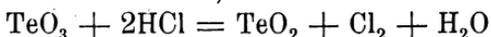
²⁾ F. A. Gooch und J. Howland, Zeitschr. f. anorg. Chem. 7, 132.

mit gutem Erfolge für die Analyse der Tellursäure verwenden konnten.

Die Versuche wurden so ausgeführt, daß die abgewogene Menge der Substanz in einer Voitschen Gaswaschflasche mit angeschmolzenem, inneren Rohre und mit einem eingeschliffenen Ableitungsrohre, welches direkt an das innere Rohr einer Drechselschen Waschflasche angeschmolzen war, mit Bromkalium und mäßig verdünnter Schwefelsäure (1:1) im Kohlensäurestrome erhitzt wurde. Das ausgetriebene Brom wurde teils in der Waschflasche, teils in einem sich daran anschließenden Will-Varrentrappschen Absorptionsapparate in Jodkaliumlösung absorbiert, worauf das so ausgeschiedene Jod mit einer bekannten Natriumthiosulfatlösung zurücktitriert wurde.

Die erhaltenen Analysenresultate zeigen eine recht gute Übereinstimmung untereinander und weisen bei Anwendung von 0,01 bis 0,5 g Tellursäure einen Maximalfehler von 0,0006 g auf.

Wir haben nun versucht, die Reaktion



zur maßanalytischen Bestimmung der Tellursäure zu verwenden und zur Ausführung der Analysen zunächst folgenden Weg eingeschlagen:

In das Destillationskölbchen des einfachen, wohlbekanntes Bunsenschen Apparates wurde eine genau abgewogene Menge der nach dem Staudenmaierschen¹⁾ Verfahren dargestellten Tellursäure in ca. 10 ccm kaltem Wasser gelöst, worauf ca. 3 g Chlorkalium und etwas mehr als die berechnete Menge mäßig verdünnter Schwefelsäure (1:1) hinzugefügt wurde; der Bauch der Retorte war mit einer reinen $\frac{2}{10}$ normalen Lösung von Jodkalium angefüllt.

Da wir uns durch blinde Versuche davon überzeugt hatten, daß unter diesen Bedingungen die Tellursäure bei gewöhnlicher Temperatur absolut nicht verändert wird, brauchten besondere Vorsichtsmaßregeln nicht beobachtet zu werden; nachdem der Apparat vorschriftsmäßig zusammengesetzt worden war, wurde der Kolbeninhalt zum Austreiben der in dem Destillationskölbchen enthaltenen Luft in der bei solchen Bestimmungen üblichen Art erwärmt.

¹⁾ L. Staudenmaier, Zeitschr. f. anorg. Chem. 10, 189.

Schon nach ganz kurzer Zeit trat das bekannte, knarrende Geräusch der überdestillierenden Salzsäuredämpfe auf, während die Entwicklung von Chlor und somit die Ausscheidung von Jod in der Retorte erst nach geraumer Zeit, dann aber nur sehr langsam und, wie die erhaltenen Resultate zeigten, nur unvollkommen erfolgte.

Der Kolbeninhalt wurde so weit abdestilliert, bis sich die Kristalle des gebildeten Kaliumsulfates abschieden; dann wurde der Inhalt der Retorte, welche natürlich während der Destillation gut gekühlt worden war, in ein geräumiges Becherglas übergeführt und die Retorte sowie das Gasableitungsrohr sorgfältig mit Wasser in das Glas abgespült, worauf die Flüssigkeit sich nun so lange selbst überlassen blieb, bis sie die Zimmertemperatur angenommen hatte. Jetzt wurde das abgeschiedene Jod mit einer genau eingestellten $\frac{1}{10}$ normalen Natriumthiosulfatlösung unter Zugabe einiger weniger Tropfen Stärkelösung auf farblos zurücktitriert.

Sämtliche Titrationsen, von denen hier zwei angeführt werden sollen, ergaben die überraschende Tatsache, daß die abgeschiedenen Jodmengen im Verhältnisse zu der Menge der angewandten Tellursäure viel zu gering waren und es auch blieben, selbst als die Mengenverhältnisse zwischen Chlorkalium und Schwefelsäure in mehrfacher Weise modifiziert wurden!

Wir erhielten z. B. folgende Resultate:

1. 0,1000 g H_6TeO_6 entsprachen 0,8 ccm $\frac{n}{10}$ $Na_2S_2O_3$.

2. 1,1480 g H_6TeO_6 entsprachen 0,8 ccm $\frac{n}{10}$ $Na_2S_2O_3$.

Berechnet:

6,96% O.

Gefunden:

0,64% O.

0,05% O.

Während wir noch mit der vorstehend kurz beschriebenen Untersuchung beschäftigt waren, deren Resultate über die Unbrauchbarkeit dieser Methode wahrlich keinen Zweifel mehr zuließen, wurden wir mit einer Arbeit des Herrn Kuno B. Heberlein¹⁾ bekannt, welcher mit dem gleichen einfachen Apparate, aber allerdings unter Anwendung von konzentrierter

¹⁾ Kuno B. Heberlein, Inauguraldissertation. Basel. 1898.

Salzsäure so brauchbare Resultate erhalten hat, daß er auf diese Methode eine Atomgewichtsbestimmung des Tellurs gründen zu können glaubte.

Wir entschlossen uns daher sofort, zur Kontrolle einige Bestimmungen in der von K. B. Heberlein angegebenen Weise durchzuführen, und verfuhrten daher, wie folgt:

Eine genau abgewogene Menge Tellursäure wurde in das Destillationskölbchen übergeführt und mit 50 ccm rauchender Salzsäure übergossen; durch sofortiges Verbinden des Kölbchens mit dem Gasableitungsrohre und der Retorte läßt sich ein Verlust an Chlor wohl vermeiden.

Nun wurde der Kolbeninhalt wieder erwärmt; nach kurzer Zeit, während welcher die in dem Kölbchen befindliche Luft ausgetrieben worden war, schon ließ sich an der Braunfärbung des gut gekühlten Retorteninhaltes die beginnende Ausscheidung von Jod erkennen. Bei den ersten Analysen wurde nach der von K. B. Heberlein gegebenen Vorschrift ungefähr die Hälfte der Salzsäure abdestilliert, während späterhin der Kolbeninhalt aus Gründen, die wir sofort angeben werden, bis fast zur Trockene abgedampft wurde. Nach Vollendung der Reaktion wurde das ausgeschiedene Jod in der oben angegebenen Weise peinlichst genau bestimmt:

Wir erhielten unter anderem folgende Resultate:

1. 0,3018 g H_6TeO_6 entsprachen $24,0 \text{ ccm } \frac{n}{10} Na_2S_2O_3$.
2. 0,1969 g H_6TeO_6 entsprachen $16,7 \text{ ccm } \frac{n}{10} Na_2S_2O_3$.
3. 0,1530 g H_6TeO_6 entsprachen $12,8 \text{ ccm } \frac{n}{10} Na_2S_2O_3$.

Berechnet:

6,96% O.

Gefunden:

1. 6,36% O.

2. 6,78% O.

3. 6,69% O.

Aus diesen Resultaten läßt sich erkennen, daß die erhaltenen Zahlen ziemlich nahe an die berechneten herankommen; eine bessere Übereinstimmung läßt sich jedoch unter den angegebenen Bedingungen nicht erreichen, denn die Methode besitzt folgende Fehlerquellen:

Es gelingt auf die beschriebene Weise niemals, die gesamte

Menge des entwickelten Chlors aus dem Destillationskölbchen herauszubringen!

Wir haben, wenn wir nach den Angaben von Heberlein verfahren und somit nur die Hälfte der Salzsäure abdestillierten, jedesmal nach dem Auseinandernehmen des Apparates in dem Destillationskölbchen schon durch den Geruch Chlor nachweisen können, und auch in den Fällen, in welchen der Kolbeninhalt bis fast zur Trockene verdampft war, konnten wir in dem Destillationsrückstände noch Chlor auffinden.

Durch diese unangenehme Erscheinung wird natürlich das Resultat in erheblichem Maße beeinflusst, und außerdem verbietet sich die Anwendung von mehr als 0,5 g Tellursäure von selbst, wenn man nicht, wie es ja F. A. Gooch und J. Howland getan haben, die Reduktion in einem Strome von Kohlendioxyd vornimmt und somit diese Fehlerquelle auf ein Minimum reduziert!

Außerdem ist auch noch darauf aufmerksam zu machen, daß schon bei der Vorbereitung zur Analyse leicht eine geringe Menge Chlor entweichen kann, wenn man nicht gut gekühlte Salzsäure verwendet und das Kölbchen nach dem Einfüllen der Säure sehr rasch mit dem Apparate verbindet.

Allerdings läßt sich auch diese Fehlerquelle leicht ausschließen, aber, wie hervorgehoben werden möge, nur dadurch, daß man das Destillationskölbchen mit einem eingeschliffenen Glasstopfen versieht, in den einerseits das Gasableitungsrohr und andererseits ein kleiner, mit einem Hahn verschließbarer Tropftrichter eingeschmolzen ist, durch welchen man bei zusammengesetztem Apparate die zur Reduktion notwendige Menge Salzsäure zutropfen lassen kann.

Beide Vorsichtsmaßregeln sind von Herrn K. B. Heberlein nicht angewendet worden; wir behalten uns vor demnächst nochmals auf die Arbeit des Herrn K. B. Heberlein zurückzukommen.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Sitzungsberichte der Physikalisch-Medizinischen Sozietät zu Erlangen](#)

Jahr/Year: 1904

Band/Volume: [36](#)

Autor(en)/Author(s): Gutbier Alexander, Resenscheck F.

Artikel/Article: [Über die jodometrische Bestimmung der Tellursäure 138-142](#)