

Zur jodometrischen Bestimmung von Chloraten.

Von

R. Luther und Th. F. Rutter.

Gelegentlich einer Untersuchung über die katalytischen Eigenschaften der Vanadinverbindungen¹⁾ wurde beobachtet, dass Vanadinverbindungen die Reaktion frischen Chlorates und Jodides in saurer Lösung katalytisch ausserordentlich stark beschleunigen. Da eine bequeme und einfache jodometrische Bestimmungsmethode für Chlorate erwünscht ist, wurde versucht, diese Katalyse zur Bestimmung von Chloraten zu verwerten.

Eine abgewogene Menge Kaliumchlorat wurde mit überschüssigem Jodkalium und mit Schwefelsäure versetzt, eine kleine Menge des vierwertigen Vanadins²⁾ zugesetzt und das Gemisch im geschlossenen Gefäss 15 Minuten auf 100° C. erhitzt. Nach Abkühlung der Flüssigkeit wurde sie auf ein bestimmtes Volumen verdünnt und je 10 cc mit $\frac{n}{100}$ -Thiosulfat titriert.

1. Vorversuch.

0,0320 g umkristallisiertes Kaliumchlorat wurden abgewogen, in etwa 35 cc Wasser aufgelöst und mit 10 cc n-KJ, 5 cc 2 n-H₂SO₄ und 10 cc $\frac{n}{100}$ -V :: versetzt.

Das das Gemisch enthaltende Rohr wurde zugeschmolzen, in kochendem Wasser 15 Minuten erhitzt, abgekühlt, auf 100 cc verdünnt und mit $\frac{n}{100}$ -Thiosulfat titriert.

Je 10 cc der Jodlösung verbrauchten 15,35; 15,31; 15,31; 15,35 cc Thiosulfat

$$\text{Mittel} = 15,33 \text{ cc Thiosulfat} = 0,0313 \text{ g KClO}_3$$

$$\text{statt } 15,67 \text{ „ „ „} = 0,0320 \text{ „ „}$$

$$\text{Fehler} = -2,2\% = -0,0007 \text{ „ „}$$

1) Dissertation von T. F. Rutter, Leipzig, 1906.

2) Nur diese Oxydationsstufe des Vanadins (sogenannte Vanadylsalze, zum Beispiel VO SO₄; die Lösung hat die Farbe von Cu SO₄) ist brauchbar, da sie bei der angegebenen Verdünnung weder Jodwasserstoff merklich oxydiert, noch Jod merklich ausscheidet.

2. In einem etwa 100 cc enthaltenden Rohr wurden vermischt:
10 cc Kaliumchloratlösung, die

0,03745 g enthielt, mit

10 cc n-KJ

10 cc 2 n-H₂SO₄

10 cc $\frac{n}{100}$ -V².

Das Rohr wurde zugeschmolzen, in kochendes Wasser getaucht und 15 Minuten auf 100° erhitzt. Nach Abkühlung wurde der Inhalt auf 100 cc verdünnt und mit $\frac{n}{100}$ -Thiosulfat titriert. Je 10 cc der Lösung verbrauchten:

18,42; 18,36; 18,38; 18,38 cc Thiosulfat

Mittel = 18,38 cc Thiosulfat = 0,03756 g KClO₃

statt 18,33 " " = 0,03745 " "

Fehler = + 0,25 % = + 0,00012 " "

3. Der Versuch wurde wiederholt, indem ein 50 cc-Messkolben mit gut eingeschliffenem Stöpsel verwendet wurde. Der Stöpsel wurde mit Draht befestigt. Die angewendeten Substanzmengen wurden den früheren gleich genommen. Nach Abkühlung des Kolbens wurde die Flüssigkeit mit verdünnter Jodkaliumlösung auf 100 cc verdünnt. Je 10 cc der Lösung verbrauchten:

18,36; 18,27; 18,34; 18,34 cc Thiosulfat

Mittel = 18,33 cc Thiosulfat = 0,03745 g KClO₃

statt 18,33 " " = 0,03745 " "

Fehler ± 0,00 % = 0,00000 " "

Aus diesen beiläufigen Versuchen geht hervor, dass die vorgeschlagene Methode der Anwendung fähig ist. Bei kleinen Chloratmengen müssen selbstverständlich alle Lösungen vorher durch Auspumpen von Luft befreit werden.

Leipzig, Januar 1907.

Physikalisch chemisches Institut der Universität.