

12

Sonderabdruck
aus der „Zeitschrift für analytische Chemie“. 133. Band, 5. Heft, 1951.
Springer-Verlag, Berlin, Göttingen, Heidelberg | J. F. Bergmann, München.

Aus dem Medizinisch-Chemischen Institut und PREGL-Laboratorium
der Universität Graz (Vorstand: Prof. Dr. H. LIEB).

Über das Arbeiten mit Indicatoren geringer Haltbarkeit.

Von

H. FLASCHKA und W. SCHÖNIGER.

(Eingegangen am 21. Mai 1951.)

Einige maßanalytische Methoden, deren Durchführungsart und Genauigkeit nichts zu wünschen übrig lassen, sind mit dem kleinen Mangel behaftet, daß die verwendete Indicatorlösung allmählicher Zersetzung unterliegt. Man ist dann gezwungen, die Lösung oftmals neu herzustellen oder muß das Risiko auf sich nehmen, bei Gebrauch einer älteren Lösung die Titration mit schlechter Endpunktserkennung durchzuführen. Als Beispiel seien *Eriochromschwarz T* und *o-Dianisidin* genannt. Bei der Zinktitration mit letzterem ist auch die *Kaliumferricyanid*-Lösung, die für den Indicatorumschlag nötig ist, sehr leicht zersetzlich.

Es gibt eine einfache Möglichkeit, diese Schwierigkeit zu umgehen. An Stelle einer flüssigen Lösung verwendet man ein inniges Gemisch des pulverförmigen Indicators mit einem festen Verdünnungsmittel in geeignetem Mengenverhältnis und gibt bei der Titration an Stelle der vorgeschriebenen Tropfenzahl an Indicatorlösung eine bestimmte Menge des verdünnten Indicatorpulvers zu. Zu dessen genauerer Dosierung eignet sich ein kleines Löffelchen aus Blech, dessen Fassungsvermögen ein für allemal bestimmt wird. Das Löffelchen kann man am Stopfen der Indicatorflasche anbringen und damit gestaltet sich das Arbeiten mit diesem Indicator genau so einfach, wie bei Verwendung der üblichen Fläschchen mit Tropfer.

Von der Substanz, die zur Verdünnung des Indicatorpulvers geeignet ist, muß folgendes verlangt werden:

1. Der Stoff darf mit dem Indicator oder einem Bestandteil der Titrations- oder Maßlösung nicht in Reaktion treten, wobei in „reagieren“ auch allfällige Adsorption usw. einzubeziehen ist.

2. Das Verdünnungsmittel darf nicht hygroskopisch sein.

3. Sofern es sich um lösliche Substanzen handelt, sollen sie rasch in Lösung gehen.

Vom Indicator selbst muß verlangt werden, daß er sich bei Zugabe in fester Form hinreichend schnell in der Titrationsflüssigkeit auflöst.

Wenn eine weiße Trübung bei der Titration oder einer allfälligen Weiterverarbeitung der austitrierten Lösung nicht stört, kann als Verdünnungsmittel auch eine Substanz nach Art von Bariumsulfat, geblühtem Aluminiumoxyd oder Kieselsäure verwendet werden. Vielfach

tritt der Umschlag bei „weißem Hintergrund“ sogar deutlicher hervor.

So eignet sich für das oben erwähnte Beispiel des Kaliumferricyanides feinst gepulvertes Natriumchlorid p. a. oder Bariumsulfat. Man vermischt die beiden Stoffe im Verhältnis 20 : 1 bis 50 : 1 und setzt zur Titration eine Spatelspitze voll zu.

Genauere Angaben über im einzelnen verwendbare Substanzen und Verdünnungsgrad sind mit Absicht nicht gegeben, da die Verhältnisse sich von Fall zu Fall anders gestalten. Sie für eine jeweils vorliegende Titrationmethode zu ermitteln, bedarf nur geringer Überlegung und einer kleinen Umrechnung der Konzentration des Indicators von der Lösung auf das Gemisch.

Der eine von uns (FLASCHKA) möchte auch an dieser Stelle die Gelegenheit wahrnehmen, Herrn Prof. Dr. LIEB für die im Institut gebotene Gastfreundschaft seinen ergebenen Dank auszusprechen.

Dr. H. FLASCHKA, Graz, Schillerplatz 9.