

Ethanolhaltige Iod-Lösung

Iodi solutio ethanolica

Solutio Iodi spirituosa

Definition

Ethanolhaltige Iod-Lösung enthält mindestens 3,9 und höchstens 4,1 Prozent Gesamt-Iod (A_r : 126,9) und mindestens 2,8 und höchstens 3,0 Prozent freies Iod.

Herstellung

Iod	3,0 g
Kaliumiodid	1,5 g
Gereinigtes Wasser	3,0 g
Ethanol 96%	92,5 g

Iod und Kaliumiodid werden mit dem gereinigten Wasser angerieben; dann fügt man Ethanol 96% hinzu und lässt unter Rühren bis zur vollständigen Lösung stehen.

Eigenschaften

Aussehen: klare, dunkel rotbraune Flüssigkeit, die nach Ethanol und Iod riecht

Mischbarkeit: mischbar mit Wasser und Ethanol 96 %

Prüfung auf Identität

- A. Eine Mischung von 1 Tropfen Ethanolhaltiger Iod-Lösung und 5 ml Wasser *R* färbt sich auf Zusatz von Stärke-Lösung *R* blau.
- B. Werden 4 ml Ethanolhaltige Iod-Lösung auf dem Wasserbad zur Trockene eingedampft, so hinterbleibt ein schwarzbrauner Rückstand, der bei stärkerem Erhitzen Ioddämpfe abgibt und schließlich weiß wird.
- C. Der bei der vorhergehenden Prüfung erhaltene weiße Rückstand wird in 4 ml Wasser *R* gelöst; 1 ml dieser Lösung gibt die Identitätsreaktion a auf Iodid (2.3.1).
- D. Der Rest der für die vorhergehende Prüfung bereiteten Lösung gibt die Identitätsreaktion b auf Kalium (2.3.1).
- E. Versetzt man 1 ml Ethanolhaltige Iod-Lösung mit verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R* bis die Flüssigkeit nur mehr schwach gelb gefärbt ist, und erwärmt, so entsteht eine gelbliche Trübung und es tritt ein intensiver Geruch nach Iodoform auf.

Prüfung auf Reinheit

Relative Dichte (2.2.5): 0,845 bis 0,855

Ethanolgehalt (2.9.10): Mindestens 87,0 Prozent (*V/V*); zur Bestimmung werden vor der Destillation 5 g Natriumthiosulfat *R* zugesetzt.

Gehaltsbestimmung

Freies Iod: In einen 100 ml fassenden Schliffkolben lässt man 15,00 ml Natriumthiosulfat-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) einfließen und wägt auf mg genau. Sodann lässt man aus einer Messpipette Ethanolhaltige Iod-Lösung zufließen, bis die Lösung

gerade schwach gelb gefärbt erscheint, wägt neuerdings und titriert mit Natriumthiosulfat-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) bis zum Verschwinden der Gelbfärbung.

1 ml Natriumthiosulfat-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) entspricht 12,69 mg I.

Freie Säure: Die austitrierte Lösung muss sich nach Zusatz von 5 Tropfen Phenolphthalein-Lösung *R* mit 0,20 ml Natriumhydroxid-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) rot färben.

Gesamt-Iod: Die bei der vorhergehenden Prüfung erhaltene Lösung wird quantitativ in einen 100 ml fassenden Messkolben gespült und mit Wasser *R* bis zur Marke aufgefüllt. 20,00 ml dieser Lösung (= 1/5 der zur Untersuchung verwendeten Ethanolhaltigen Iod-Lösung) werden mit 10 ml Natriumacetat-Lösung ($2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) versetzt. Hierauf fügt man soviel Bromwasser *R* hinzu, bis ein deutlicher Überschuss bestehen bleibt. Nach 1 Minute setzt man tropfenweise eine Mischung von 1 Volumteil wasserfreier Ameisensäure *R* und 3 Volumteilen Wasser *R* bis zur Entfärbung zu und versetzt hierauf mit etwa 10 mg Natriumsalicylat *R*. Nach gutem Umschütteln fügt man etwa 1 g Kaliumiodid *R* und 5 ml Salzsäure *R* 1 hinzu und titriert das ausgeschiedene Iod mit Natriumthiosulfat-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) unter Verwendung von Stärke-Lösung *R* als Indikator.

1 ml Natriumthiosulfat-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) entspricht 2,115 mg I.

Lagerung

Dicht verschlossen, vor Licht geschützt