

Ethanolhaltige Iod-Lösung

Iodi solutio ethanolica

Solutio Jodi spirituosa

Definition

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

- Eine Mischung von 1 Tropfen Ethanolhaltiger Iod-Lösung und 5 ml Wasser R färbt sich auf Zusatz von Stärke-Lösung R blau.
- 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.
- 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).
- Der Rest der für die vorhergehende Prüfung bereiteten Lösung gibt die Identitätsreaktion a auf Kalium (2.3.1).

Prüfung auf Reinheit

Relative Dichte (2.2.5): 0,840 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.