

# Verwendung von Aether in Verbindung mit jodometrischen Bestimmungen

Autor(en): **Geret, L.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **11 (1920)**

Heft 2-3

PDF erstellt am: **09.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-984224>

## **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

## **Haftungsausschluss**

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

## Verwendung von Aether in Verbindung mit jodometrischen Bestimmungen.

Von Dr. L. GERET.

Gelegentlich einer Salicylsäurebestimmung nach der von *Th. von Fellenberg*<sup>1)</sup> angegebenen Methode wurde ein völlig unbrauchbares Resultat erhalten.

Die Nachprüfung ergab, dass der Aether allein für sich grosse Mengen Jod frei machte. Es war Aether von Kahlbaum aus einer weissen Flasche, die mit Korkstopfen verschlossen und noch zu ca.  $\frac{1}{3}$  gefüllt war. Die Flasche hatte hier stets im Dunkeln gestanden. Der Aether erwies sich bei der qualitativen Prüfung als mässig wasserhaltig. Beim Rektifizieren aus einem Wasserbad von 40-50° hinterblieb ein kleiner Rückstand, der sehr stark oxydierende (peroxydartige) Wirkung besass. Eine Probe des Rückstandes, mit Jodkali versetzt, machte aus diesem in Prozent des Rückstandes 35 Jod frei und zwar:

mit 1 cm <sup>3</sup> <i>neutral</i> nach 6 Stunden		25,13 g	Jod pro 100 cm <sup>3</sup> Rückstand	
nach weiteren 38	»	8,44 g		
»    »    40	»	0,38 g		
»    »    24	»	0,28 g		
»    »    24	»	0,13 g		
		Total 34,36 g		

mit 0,5 cm <sup>3</sup> , auf Prozent umgerechnet	Neutral	Sauer
nach 5 Stunden . . . . .	22,97 g	30,20 g
nach weiteren 48 » . . . . .	9,77 g	19,67 g
»    »    24 » . . . . .	1,65 g	14,21 g
»    »    24 » . . . . .	0,37 g	5,70 g
»    »    5 » . . . . .	0, g	0,81 g
»    »    24 » . . . . .	0,38 g	0,25 g
	Total 35,14 g	70,84 g

Das Interessante dabei ist, dass aus HJ fast genau die doppelte Menge Jod frei gemacht wird als aus KJ. Auch das Rektifikat machte noch Jod frei und zwar auch dann, als es im Scheidetrichter bis zu fünfmal mit destilliertem Wasser ausgeschüttelt war und auch dann, als es zuerst mit Thiosulfatlösung geschüttelt und darauf zweimal mit Wasser gewaschen war.

Mir war bekannt, dass Aethyläther sehr leicht peroxyartige Verbindungen enthält. Ich habe selbst vor Jahren eine Explosion eines Kölbchens mit durch Aether extrahiertem Fett im Trockenschrank erlebt und erfahren, dass ein Kollege bei der Untersuchung und Destillation eines solchen Aetherrestes durch eine heftige Explosion ein Auge fast eingebüsst hat.

<sup>1)</sup> Z. U. N. G. 1910, 20, 65.

Die Durchsicht der Litteratur ergab, mit Schönbein beginnend, ein reiches Material über Peroxydbildung in wasserhaltigem Aether, die ausführlichste und praktisch wichtigste Abhandlung findet sich im Band 3 (1911), S. 301 und 378 des Journal of Industrial and Engineering Chemistry von *Ch. Baskerville* und *W. A. Hamor*. Diese Autoren sagen, dass sich in unsorgfältig aufbewahrtem Aether oft eine Substanz bildet, welche dem Wasserstoffsperoxyd gleicht, aber von viel grösserer Aktivität und explosivem Charakter ist.

Ein Aether von der starken Aktivität wie der mir vorliegende wird natürlich leicht als unbrauchbar erkannt. Ein nur mässig peroxydhaltiger kann aber, wenn nicht stets auf seine jodfreimachende Wirkung geachtet und geprüft wird, leicht zu unrichtigen Resultaten Anlass geben. Dies und der Umstand, dass bei der Anwendung von Aether *in Verbindung mit jodometrischen Arbeiten* der durch den Aether selbst möglichen Fehlerquelle meines Wissens bisher keine Erwähnung geschah, ist der Grund, warum ich mir erlaube, auf diese an sich bekannte und oft vorkommende Verunreinigung des Aethers hinzuweisen.

Die oben genannten Autoren empfehlen zur Beseitigung der Aktivität des Aethers Schütteln mit Eisenoxydul, reinem metallischem Quecksilber, festem Aetzkali, Mangansperoxyd, Natrium, phosphoriger oder schwefliger Säure, Jodwasserstoffsäure. Ich selbst fand, dass der peroxydhaltige Aether durch Entwässern über  $\text{CaCl}_2$  und dann metallischem Natrium nach längerer Zeit peroxydfrei wurde, ebenso und schneller nach Schütteln mit konzentrierter alkalischer Thiosulfatlösung (die dabei rotbraun wurde und nach Mercaptan roch), dann rascher Entwässerung mit  $\text{CaCl}_2$  und sorgfältiger Rektifikation. Die Reinigung von peroxydhaltigem Aether durch Schütteln und Stehenlassen über metallischem Quecksilber erwies sich mir als wirkungslos.

*Baskerville* und *Hamor* verlangen ferner, wie übrigens auch die Arzneibücher, dass Aether vor Gebrauch auf oxydierende Bestandteile geprüft werden solle und dass der Aether für den Labaratoriumsgebrauch stets in völlig (?) gefüllten, gut verschlossenen braunen oder grünen Glasflaschen an kühlem, trockenem, vor dem Tageslicht geschütztem Platz und über Quecksilber oder Natrium aufbewahrt werden solle. Die übliche Rektifikation über Natrium ist demnach nicht gleichwertig mit der *Aufbewahrung* über Natrium, denn es ist klar, dass ein noch so sorgfältig gereinigter Aether bei unsachgemässer Aufbewahrung im Laboratorium wieder peroxydhaltig werden kann. Aether ist nach *Baskerville* und *Hamor* so hygroskopisch, dass ein 30 Minuten langes Aussetzen von wasserfreiem Aether an Luft genügt, um sein spezifisches Gewicht um 0,0020 zu erhöhen. Andererseits gibt Muspratt an, dass völlig wasserfreier Aether nicht peroxydhaltig werde.

Danach ist zu empfehlen, ausser den übrigen obengenannten und wohl allgemein beachteten Vorsichtsmassregeln und, wenn nötig, nach vorhergehender Entwässerung und Rektifikation in der Vorratsflasche für den Aether stets einige Stückchen metallischen Natriums zu halten.