



Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie

Qualitative Analyse

Treadwell, Frederick P.

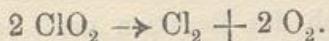
Leipzig [u.a.], 1948

Nachweis von Bromat in techn. Chlorat

[urn:nbn:de:hbz:466:1-94840](https://nbn-resolving.de/urn:nbn:de:hbz:466:1-94840)



und



Auf diesem Zerfall beruht die außerordentlich stark oxydierende Wirkung der Chlorate, insbesondere organischen Substanzen gegenüber, bei Gegenwart von starker Schwefelsäure. Im Gegensatz zu der freien Säure sind die Chlorate in festem Zustande und in wässriger Lösung vollkommen beständig. Zu ihrem Nachweis dienen in erster Linie ihre oxydierenden Wirkungen in saurer Lösung und die Bildung des Reduktionsproduktes, des Chlorions. Die Chlorsäure ist eine ganz starke Säure von der Stärke der Halogenwasserstoffsäuren.

Reaktion auf nassem Wege.

1. Verdünnte Schwefelsäure. Chloratlösungen bläuen Jodkaliumstärke auf Zusatz von verdünnter Schwefelsäure. Es dauert indessen lange, bis die Reaktion in verdünnter Lösung eintritt. Bei langem Stehen der sauren Chloratlösung zersetzt sich dieselbe unter Bildung von Perchlorsäure, Chlor und Sauerstoff wie oben angegeben.

Nachweis von Bromat in techn. Chlorat.

Das Chlorat des Handels enthält gelegentlich kleine Mengen Bromat, die nicht erwünscht sind, weil sie die Haltbarkeit des Chlorats vermindern¹⁾.

Der Nachweis des Bromates neben Chlorat beruht auf der vorsichtiger Reduktion zu Brom und Nachweis desselben durch Aufnahme in Schwefelkohlenstoff oder durch Ausführung der Reaktion von Guareschi, vgl. S. 303.

Die Reduktion muß nun so geführt werden, daß das Bromat nur bis zum freien Brom und nicht weiter bis zum Bromid reduziert wird.

Im folgenden sind einige Ausführungen der Probe angegeben:

a) Man schmilzt 5—10 g Substanz in einem langhalsigen Kölbchen bis zum Aufhören der Sauerstoffentwicklung, löst die Schmelze in Wasser, fügt ein wenig Chlorwasser hinzu und schüttelt mit etwas Schwefelkohlenstoff; eine Braunfärbung des letzteren zeigt die Anwesenheit von Brom an.

b) 5—10 g Substanz löst man in wenig Wasser, fügt ein wenig Ferrosulfat oder wenige Tropfen konz. HCl hinzu, säuert mit verdünnter Schwefelsäure an und destilliert. Braune Dämpfe zeigen Brom an. Schüttelt man das Destillat mit CS_2 , so färbt sich dieses braun.

¹⁾ Für Chloratsprengstoffe ist ein Bromatgehalt von höchstens 0·15% zulässig, vgl. Ch. Ztg. (1913) 182.

c) Auch mittels der Reaktion von Guareschi (vgl. S. 303) läßt sich die Anwesenheit von Bromat leicht erkennen. Ein Chlorat mit 0·14% Bromat gab die Reaktion noch recht deutlich.

d) Bromathaltiges Chlorat reagiert selbst in schwach saurer Lösung mit Jodkaliumstärke unter Blaufärbung. Man kann daher auch die folgende einfache Probe anwenden:

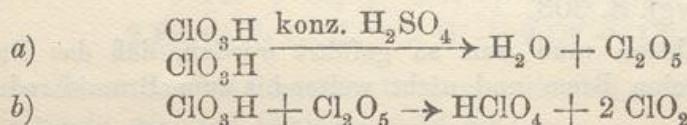
2 g Chlorat werden in 100 ccm Wasser gelöst, 5 ccm einer 10%igen jodatfreien Jodkaliumlösung und 5 ccm n-HCl und Stärkelösung zugesetzt. Wenn die Proben dann innerhalb 10 Minuten keine oder nur eine schwache Blaufärbung zeigen, so sind sie als rein anzusehen.

Bemerkung. Die Blaufärbung ist indessen nicht vollkommen charakteristisch für die Anwesenheit von Bromat, sie tritt auch auf, wenn Chlorit zugegen war.

Prüfung von Chloraten auf Hypochloritgehalt.

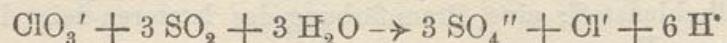
Will man ein auf elektrolytischem Wege dargestelltes Alkali-chlorat auf einen etwaigen Gehalt an Hypochlorit prüfen, so löst man ca. 2 Gramm des Salzes in 200 ccm Wasser, fügt 3 ccm 10%ige Jodkalium- und 3 ccm Stärkelösung zu, aber keine Schwefelsäure; so wird, wenn nur Spuren von Hypochlorit anwesend sind, die Lösung sofort stark gebläut; schon $\frac{1}{10}$ mg Hypochlorit bedingt sogar eine sofortige Bläbung der Lösung. Die Lösung anzusäubern ist nicht statthaft.

2. Konzentrierte Schwefelsäure setzt aus allen Chloraten grüngelbes Chlordioxyd frei, das bei geringem Erwärmen auf das heftigste explodiert:

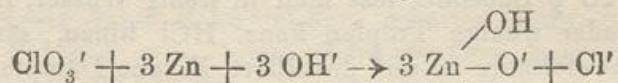


3. Silbernitrat und Bariumchlorid geben keine Fällung.

4. Durch Reduktionsmittel werden Chlorate in saurer und in alkalischer Lösung leicht reduziert. So durch Zink und Salzsäure, aber auch schon durch schweflige Säure:



Zinkgries in alkalischer Lösung reduziert ebenfalls nach:



Säuert man die Lösung mit Salpetersäure an, und versetzt die saure Lösung mit Silbernitrat, so fällt weißes Silberchlorid, unlöslich in der Salpetersäure.