

Kaliumiodat

Kalii iodas



Definition:

Gehalt: mindestens 99,0 und höchstens 101,0 Prozent KIO_3

State „of the art“ Monographie Potassium Iodate, British Pharmacopoeia 2002

Eigenschaften:

Aussehen: Weißes bis fast weißes kristallines Pulver;

Löslichkeit: nach einiger Zeit löslich in Wasser; unlöslich in Ethanol 96%

Prüfung auf Identität:

A. 1 ml der Prüflösung S1 entspricht der Identitätsreaktion auf Kalium nach Ph.Eur. 2.3.1 b

B. 0,1 g der Substanz werden in 5 ml Wasser R gelöst. Dieser Lösung wird 1 ml Silbernitratlösung und anschließend 1 ml Schwefelige Säure (H_2SO_3) zugesetzt. Es entsteht sofort ein gelber Niederschlag.

Prüfung auf Reinheit:

Prüflösung:

S1: 10 g der Prüfsubstanz werden in Wasser R zu 200 ml gelöst.

S2: 6 g Substanz werden mit 25 ml Salzsäure R versetzt und zur Trockene gebracht. Dieser Vorgang wird wiederholt. Erwärmen, bis das Iod entfernt ist. Der Rückstand wird in 2,5 ml einer 25 %igen Salzsäure gelöst und mit Wasser R auf 50 ml verdünnt.

Aussehen der Lösung: Die Prüflösung S1 muss klar und farblos sein.

Chlorid, Chlorat, Bromid, Bromat: 5 ml der Prüflösung S1 werden mit Wasser R auf 15 ml verdünnt. Nach Zusatz von 20 ml Schwefelige Säure wird die Lösung am Wasserbad 30 Minuten lang erwärmt. Die Lösung wird zum Kochen gebracht, abgekühlt, und mit 10 ml 18 M Ammoniak-Lösung und 20 ml Silbernitrat-Lösung R2 versetzt und mit Wasser R auf 70 ml verdünnt. Die Lösung wird filtriert, 35 ml des Filtrats werden in einen Nesslerzylinder eingebracht und mit 6 ml Salpetersäure angesäuert. Nach 5 Minuten ist, bei vertikaler Betrachtung, keine stärkere Opaleszenz zu beobachten, als bei 5 ml einer 0,00165 % w/v Lösung von Natriumchlorid, die zur selben Zeit auf die gleiche Art behandelt wurde (0,02 %).

Iodid: Werden 25 ml Prüflösung S1 mit 1 ml 1,8 M Schwefelsäure versetzt und mit 1 ml Chloroform ausgeschüttelt, darf die Violettfärbung nicht stärker sein als bei einer gleichzeitig auf dieselbe Art bereiteten Lösung aus 5 ml Prüflösung S1 und 2 ml einer Lösung aus 1,31 % w/v Kaliumiodid (20 ppm).

Sulfat: 1 ml einer 25 % w/v Bariumchlorid und 1,5 ml Sulfat-Standard-Lösung (10 ppm SO_4) werden gemischt und 1 Minute stehen gelassen. 12,5 ml Prüflösung 2 mit Wasser auf 15 ml verdünnt und 0,5 ml 5 M Essigsäure werden hinzugefügt und für 5 Minuten stehen gelassen. Die Opaleszenz darf nicht stärker sein als bei einem in der gleichen Weise bereiteten Standard aus 7,5 ml Sulfat-Standard-Lösung (10 ppm SO_4), verdünnt mit Wasser R auf 15 ml (50 ppm).

Schwermetalle: 20 ml der Prüflösung S2 werden mit 5 M Ammoniaklösung auf einen pH-Wert von etwa 5 gebracht. Die Lösung entspricht der Grenzprüfung A auf Schwermetalle nach Ph.Eur. 2.4.8.A. Zur Herstellung der Referenzlösung wird die Blei-Lösung (2 ppm Pb) R verwendet.

Trocknungsverlust: höchstens 0,5 Prozent, bestimmt mit 1,00 g in einem Trockenschrank bei 130° für 1 Stunde.

Gehaltsbestimmung:

1,5 g werden in Wasser zu 250 ml gelöst. 25,00 ml der Lösung werden in einem Erlenmeyer-Kolben mit 3,0 g Kaliumiodid, 100,0 ml Wasser und 10,0 ml Salzsäure versetzt. Das Gefäß wird verschlossen für 5 Minuten abgedunkelt stehen gelassen. Die Lösung wird mit 0,1M Natriumthiosulfat-Lösung VS bis zur Hellbraunfärbung und nach Zusatz von Stärke als Indikator bis zur Entfärbung titriert.

1 ml 0,1 M Natriumthiosulfat-Lösung entspricht 3,567 mg KIO_3 .

Anhang: Produktmonographie übernommen aus:

Sulphorous acid H_2SO_3 = 82,08 use a solution of commace containing about 5% w/v of SO_2 ; weight/ml about 1,03 g.

Quelle: BP 2002; A 100 Appendix IA