

Eine schnelle Methode zur quantitativen Abtrennung von Chlor und Brom aus sauren wäßrigen Lösungen

A Rapid Method for the Quantitative Elimination of Chlorine or Bromine from Aqueous Acidic Solutions

Wolfram Baumgärtner, Youssef A. Gawargious und Klaus Brodersen*

Institut für Anorganische und Analytische Chemie I der Universität Erlangen-Nürnberg, Egerlandstraße 1, D-8520 Erlangen und Nat. Res. Centre, Dokki, Cairo, Ägypten
Herrn Professor Dr. A. Rabenau zum 65. Geburtstag gewidmet

Z. Naturforsch. **43b**, 134 (1988);
eingegangen am 25. September 1987

Elimination, Chlorine, Bromine, Styrene

The quantitative elimination of chlorine and bromine from acidic aqueous solutions was achieved through extraction with a dilute solution of styrene in CCl_4 .

Besonders in der analytischen, aber auch in der präparativen Chemie, tritt häufig das Problem auf, ein Ion oder eine Verbindung oxidieren zu müssen. Die erhaltenen Produkte sollen aber meist quantitativ vom Oxidationsmittel befreit werden. In der Literatur [1–4] wird die Oxidation mit Brom der mit Chlor vorgezogen, weil sich Brom leichter quantitativ abtrennen oder vernichten läßt. Der gebräuchlichste Weg besteht in einer Reduktion des Bromüberschusses zum Bromid mit beispielsweise Phenol oder Ameisensäure. Der Nachteil der Methode liegt in den großen Mengen entstehenden Bromids, die bei quantitativen Bestimmungsmethoden äußerst störend wirken können oder zu gänzlich falschen Ergebnissen führen. Deshalb besteht eine weitere Abtrennungsmethode im Verkochen von Brom oder Chlor. Das erfordert zur quantitativen Abtrennung aber relativ lange Kochzeiten und ist bei Chlor nicht immer effektiv genug. Diese Probleme konnten nun durch Ausschütteln einer Probe mit einer Lösung von Styrol in Tetrachlorkohlenstoff beseitigt werden. Es zeigte sich, daß Styrol mit Chlor oder Brom im gesamten sauren Bereich quantitativ ohne Bildung von Chlorid oder Bromid reagiert. Wenn es auf die Abtrennung letzter geringster Spuren ankommt, ist

* Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. K. Brodersen.

Verlag der Zeitschrift für Naturforschung, D-7400 Tübingen
0932-0776/88/0100-0134/\$ 01.00/0

dabei zu beachten, daß die Abtrennung mit fallendem pH-Wert immer schneller und genauer funktioniert. Dabei greifen andere starke Oxidationsmittel, wie Periodat- oder Thallium(III)-Ionen, Styrol nicht an. Ebenso ist beispielsweise für iodometrische Bestimmungen interessant, daß sich Iod zwar in Tetrachlorkohlenstoff löst, mit Styrol aber keine Reaktion eingeht. Eine quantitative Abtrennung der organischen Phase ist daher nicht erforderlich. Die Konzentration von Styrol in Tetrachlorkohlenstoff richtet sich nach dem pH-Wert sowie der Menge an wäßriger Lösung und Halogen. Es lassen sich daher keine allgemein gültigen Regeln aufstellen, welche Mengen und Konzentrationen an organischer Phase zur Extraktion nötig sind. Mit gutem Erfolg wurden Konzentrationen von 5–20% Styrol in Tetrachlorkohlenstoff verwendet [5]. Die Anwendung von reinem Styrol alleine ist nicht zu empfehlen, weil durch Schaum- und Tröpfchenbildung keine scharfe Phasengrenze für die Abtrennung sichtbar wird. Tetrachlorkohlenstoff bietet auf Grund seines hohen spezifischen Gewichtes den Vorteil einer leichten Abtrennbarkeit. Außerdem lösen sich Chlor und Brom gut darin, was die Reaktion mit Styrol innerhalb einer Phase und nicht über die Phasengrenze Wasser/Styrol hinweg möglich macht und somit beschleunigt. Es wurden an Stelle von Styrol eine Reihe anderer ungesättigter organischer Verbindungen versucht, die sich aber alle als weniger effektiv erwiesen [5].

Die Methode eröffnet, in unserem Fall hauptsächlich auf Spurenanalytik abzielend, ein neues großes Spektrum von vereinfachten Analysemethoden, das von uns gerade untersucht wird. Als zwei Beispiele seien hier die direkte Oxidation organischer und anorganischer Metall- und Nichtmetallverbindungen in Lösung unter Umgehung einer Veraschung zur simultanen Bromid/Iodid-Bestimmung sowie zur Bestimmung einzelner Elemente genannt. Weitere Veröffentlichungen zu speziellen Problemlösungen werden folgen.

- [1] L. Gmelin, Handbuch der Anorganischen Chemie, 8. Aufl. Bd. **38**, S. 169, Verlag Chemie, Berlin (1940).
- [2] W. Fresenius und G. Jander, Handbuch der Analytischen Chemie, Bd. **III**, S. 81, Springer Verlag, Berlin (1956).
- [3] R. Belcher, *Talanta* **15**, 357 (1968).
- [4] R. Belcher, Y. A. Gawargious, P. Gouverneur und A. M. G. MacDonald, *J. Chem. Soc. (London)*, **1964**, 3560.
- [5] W. Baumgärtner, Diplomarbeit, Erlangen (1986).

Nachdruck – auch auszugsweise – nur mit schriftlicher Genehmigung des Verlages gestattet
Satz und Druck: Allgäuer Zeitungsverlag GmbH, Kempten



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitalized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition "no derivative works"). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.