Anwendung der Periodatometrie

vicinale Hydroxylgruppen

 $\alpha\text{--Hydroxy-Carbonylverbindungen}$

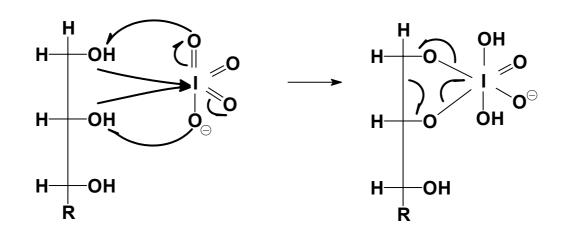
$$R_{1}$$
 R_{2}
 R_{3}
 R_{4}
 OH

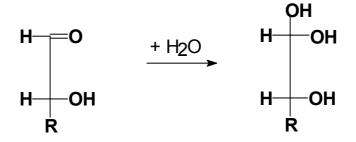
$$R_{2}$$
 R_{3}
 OH

primäre α -Aminoalkohole

$$\begin{array}{c}
R_1 \\
R_2 \\
N\mathbf{H_2} \\
R_4 \\
\mathbf{OH}
\end{array}$$

Reaktionsverlauf





Quantitative Bestimmung der Reaktionsprodukte

a) Ameisensäure

Titration mit Natronlauge gegen Phenolphthalein (Reduktion vom Überschuß Periodat mit Ethylenglycol)

b) Formaldehyd

1. Chromotropsäure-Reaktion

2. lodometrie

$$I_2 + 2OH^- \rightarrow IO^- + I^- + H_2O$$
 $H_2CO + IO^- + OH^- \rightarrow HCOO^- + I^- + H_2O$

Überschuß:

Arzneistoffmonographien

Sorbitol

Gehaltsbestimmung

0,400g der Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst. 10,0 ml Lösung werden mit 20,0 ml einer Lösung von Natriumperiodat R (21,4 g / l) und 2 ml verdünnter Schwefelsäure R versetzt und genau 15 min lang im Wasserbad erhitzt. Nach dem Abkühlen werden 3 g Natriumhydrogencarbonat R in kleinen Mengen und 25,0 ml Natriumarsenit-Lösung (0,1 mol/l) zugesetzt. Nach dem Mischen werden 5 ml einer Lösung von Kaliumiodid R (200 g/l) zugesetzt. Nach 15 min langem Stehenlassen wird mit lod-Lösung (0,05 mol/l) bis zur beginnenden Gelbfärbung titriert. Ein Blindversuch wird durchgeführt. 1 ml lod-Lösung (0,05 mol/l) entspricht 1,822 mg $C_6H_{14}O_6$.

Reaktionen

1. Malaprade-Spaltung

$$C_6H_{14}O_6 + 5IO_4 \rightarrow 2HCHO + 4HCOOH + 5IO_3 + H_2O$$

2. Zugabe von Kaliumiodid

pH6,5 (Puffer: Natriumhydrogencarbonat)

$$IO_4^- + 2I^- + 2H^+ \rightarrow IO_3^- + I_2 + H_2O$$

Nebenreaktion ohne Puffer im sauren pH-Bereich

$$IO_3$$
 + $5I$ + $6H$ \rightarrow $3I_2$ + $3H_2O$

3. Bestimmung des gebildeten lods

$$I_2 + AsO_3^{3-} + H_2O \rightarrow 2I^- + AsO_4^{3-} + 2H^+$$

Eine Titration mit Natriumthiosulfat ist nicht möglich:

$$3 S_2 O_3^{2-} + 4 I O_3^{-} + 3 H_2 O \rightarrow 6 S O_4^{2-} + 4 I^{-} + 6 H_2 O$$

4. Titration des überschüssigen Arsenits mit lod

Glycerol

Gehaltsbestimmung

0,100 g Substanz werden sorgfältig mit 45 ml Wasser R gemischt, mit 25,0 ml einer Lösung von Natriumperiodat (21,4 g/l) versetzt und 15 min lang unter Lichtschutz stehengelassen. Nach Zusatz von 5,0 ml einer Lösung von Ethylenglycol R (500 g/l) wird 20 min lang unter Lichtschutz stehengelassen und mit Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) unter Zusatz von 0,5 ml Phenolphthalein-Lösung R titriert. Ein Blindversuch wird durchgeführt.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 9,21 mg C₃H₈O₃