Kurze Mitteilungen

Über Fehlerquellen bei der ^{14}C -Bestimmung nach Verbrennung im Sauerstoff-Kolben

Sources of Error in the ^{14}C -Determination after Combustion in the Oxygen Flask

RUDOLF BOCK und WERNER THIER

Institut für Anorganische Chemie und Kernchemie der Johannes Gutenberg-Universität Mainz

Eingegangen am 12. Oktober 1970

Bei der Nachprüfung von Ausbeuten nach Verbrennung von biologischem Material, das ^{14}C -markierte Insecticide enthielt, wurden systematisch zu niedrige Werte an $^{14}\text{CO}_2$ erhalten (Kolben nach Kalberer u. Rutschmann [1], im Ansatz Methanol/Butylamin 4:1 mit Szintillator).

Als Ursache wurde einmal die Bildung merklicher Mengen an CO ermittelt, das nicht von der Szintillatorlösung absorbiert wird und somit für die Messung verloren geht. Die dadurch verursachten Verluste betrugen gewöhnlich etwa 3–5%, sie stiegen gelegentlich auf mehr als 10% an. Die Werte hingen stark von der Art der oxydierten Substanz ab, waren aber auch bei Verbrennung des gleichen Stoffes unter scheinbar einheitlichen Bedingungen nur schlecht reproduzierbar. Sie werden offenbar u. a. von der zufälligen Ausbildung der Flamme beeinflusst.

Eine zweite, geringere Fehlerquelle besteht in der nicht ganz vollständigen Absorption von CO_2 in der gewählten Szintillatorlösung.

Literatur

1. Kalberer, F., Rutschmann, J.: *Helv. Chim. Acta* **44**, 1956 (1961); vgl. diese Z. **193**, 369 (1963).

Prof. Dr. R. Bock

Institut f. Anorg. Chemie u. Kernchemie der Universität
D-6500 Mainz, Joachim Becher-Weg

Platinum-Graphite Electrode System for the Biamperometric Determination of Iodine

Biamperometrische Jodbestimmung
mit dem Elektrodensystem Platin/Graphit

B. B. PRASAD and G. D. KHANDELWAL

Department of Chemistry, Banaras Hindu University
Varanasi, India

Received June 11, 1970

Wax-impregnated graphite electrode has recently been used in various electrometric determinations [1, 2, 4–7]. The present work has been an attempt to in-

vestigate the applicability of the same in combination with platinum for the biamperometric determination of iodine; the titrants used as reducing agents being (a) ascorbic acid, (b) sodium thiosulphate and (c) sodium arsenite.

The electrode system consisted of a platinum micro-electrode and a wax-impregnated graphite electrode; the latter was prepared as described earlier [7]. The electrode assembly was fitted as usual, in a rubber stopper and kept in distilled water when not in use.

The solutions were prepared in double-distilled water and standardised potentiometrically as recommended [9].

A known volume of a standard iodine solution ($7.4 \times 10^{-4}\text{ M}$ to $1.2 \times 10^{-2}\text{ M}$) was taken and diluted to 30 ml. The standard solution of the titrant (a), (b) or (c), as desired, was added from a 5 ml semi-micro burette and the current passing through the cell was measured with a sensitive galvanometer at regular intervals (usually 2 min) after each addition. The solution was stirred uniformly using a magnetic stirrer. A battery-operated potentiometer was used to tap the desired polarising e.m.f. ranging from 20 to 100 mV. The breaks in the titration curves were found to be better defined when the graphite electrode was positive w.r.t. platinum.

Iodine solutions within the above concentration range yielded errors between 0.3 and 1% for the three titrants. One typical set of curves is shown in Fig. 1, the amount of iodine and the applied e.m.f. were respectively 52.91 mg and 50 mV. These represent the general nature of the corresponding current-volume variations illustrating the well-defined end-points. The similarity of these curves with those obtained in "dead-stop method" using platinum-platinum electrodes [3, 8] suggests that a similar

Fig. 1. Current-volume curves in the biamperometric determination of iodine using the platinum/graphite system. I ascorbic acid; II sodium thiosulphate; III sodium arsenite as titrant