bestimmt im Bleicitrat die Säure. Waren beide Säuren als Kalksalze zugegen, so löst man in Salpetersäure, fällt mit Bleizucker und behandelt dann den Bleiniederschlag, wie wiederholt beschrieben.

Indem ich hiermit die Beschreibung meiner Methode in ihrer verschiedensten Anwendung und auch bereits eine grössere Anzahl von Belegreactionen mitgetheilt habe, bleibt mir nur noch übrig, zu erwähnen, dass derselben auch eine Reihe günstiger Zahlenbelege zur Seite stehen, auf welche ich jedoch weniger Werth, als auf die angegebenen Reactionen lege und sie darum nicht zu publiciren für erforderlich halte. Sollte man mein Verfahren unbeschadet der Genauigkeit vereinfachen können, so wird mir dies erfreulich sein; mir war es nicht möglich, denn selbst eine versuchte Wägung der Citronensäure als Eleicitrat führte zu ungenauen Zahlen; während die Titrirung nach stattgefundener Isolirung der Säure (weil sie unabhängig von indifferenten Körpern ist) stets richtige Zahlen ergab.

Bei der Beurtheilung meiner Arbeit wolle man berücksichtigen, dass bis jetzt in den Lehrbüchern für quantitative Analyse die Bestimmung dieser beiden Säuren stets schweigend übergangen worden ist und ich bestrebt war, diese Lücke in der analytischen Chemie, so gut ich vermochte, auszufüllen.

Darstellung jodsaurer Salze und der Jodsäure.

Von E. Reichardt in Jena.

Die Darstellung der Jodsäure direct aus Jod geschieht entweder durch Einwirkung von starker Salpetersäure oder von Chlor, unterchloriger Säure, Unterchlorsäure u. s. w., giebt jedoch nur eine sehr schwache Ausbeute und verlangt eine lang dauernde Einwirkung, so dass desshalb diese Gewinnung für gewöhnlich umgangen wird und man meistens die Zersetzung eines jodsauren Salzes, namentlich des Barytsalzes, vorzieht.

Dieselbe oxydirende Wirkung, wie Chlor oder unterchlorige Säure sie auf Jod äussern, üben natürlich auch die unterchlorigsauren Salze aus und kann man auf diese Weise sehr rasch Jod oder lösliche Jodide in jodsaure Verbindungen überführen, so rasch, dass das Experiment sich sogar sehr zu Collegienversuchen empfiehlt.

Giebt man Jod zu einer Chlorkalklösung oder Chlornatronlösung, so löst sich dasselbe bald auf, die Flüssigkeit färbt sich vorübergehend von freiem Jod, ist aber genügend unterchlorige Säure da, so tritt sehr rasch völlige Entfärbung ein und die damit verbundene Bildung der Jodsäure. Dass alles Jod in Jodsäure überführt wurde, ist leicht bei Zusatz einer Säure festzustellen, da dann kein Jod mehr ausgeschieden werden darf.

Ebenso wie man Jod direct in unterchlorigsaurem Salze lösen und in jodsaures Salz überführen kann, geschieht dies mit Jodkalium, Jodnatrium u. s. w. Nimmt man z. B. eine klar filtrirte Chlorkalklösung und fügt diese zu einer Lösung von Jodkalium, bis bei weiterem Zusatz keine Ausscheidung von Jod mehr stattfindet, so beginnt sehr bald eine Krystallisation von jodsaurem Kalk, welcher bei ruhigem Stehen oft in prachtvoll glänzenden, prismatischen Krystallen sich gruppenweise anhäuft. Durch weiteres Eindunsten der Lange wird endlich der jodsaure Kalk fast ganz vollständig gewonnen, so dass man recht gut diese Methode zur Abscheidung von Jod aus Abfällen gebrauchen kann.

Kocht man jodhaltende Abfälle mit einem Ueberschuss von Natron oder Soda, so erhält man ein Gemenge von Jodid und jodsaurem Salz, zu dem Filtrate fügt man Chlorkalk, bis kein Jod mehr abgeschieden wird und ebenso wenig Salzsäure dies bewirkt, wo dann alles Jod als Jodsäure vorhanden ist. Hierauf säuert man mit Salzsäure schwach an, um den etwa mit gefällten kohlensauren Kalk u. s. w. zu entfernen. Der jodsaure Kalk bleibt theilweise ausgeschieden und unlöslich, und wird durch Filtriren geschieden. Das Filtrat giebt bei weiterer Concentration noch ferner jodsauren Kalk.

Hat man in ziemlich concentrirten Jodlösungen den gewöhnlichen Chlorkalk zur Bildung der Jodsäure verwendet, so enthält nach schliesslichem Ansäuern mit Salzsäure der Rückstand schon viel jodsauren Kalk; derselbe löst sich jedoch bei weiterem Kochen mit Wasser und wenig Salzsäure auf und kann nach dem Filtriren durch Eindunsten völlig rein auskrystallisirt werden.

Als Collegienexperiment eignet sich wiederum die klare Chlorkalklösung, welche man im Uebermass zu Jodid giebt, oder letzteres zu ersterer, sobald die nöthige Sättigung oder völlige Oxydation zu Jodsäure eingetreten, beginnt sofort die Krystallisation des jodsauren Kalkes.

Natürlich kann man ebenso mit Chlornatron jodsaures Natron gewinnen, oder durch Chlorbaryt das Barytsalz u. s. w.

Die erhaltenen Krystalle von jodsaurem Kalk sind die wasserhaltende Verbindung $\text{CaJ}^2\text{O}^6 + 5\text{H}^2\text{O}$.

Darstellung der Jodsäure.

Dieselbe lässt sich sehr leicht und rein aus dem oben genannten Kalksalze darstellen, da die Krystalle des letzteren jedoch leicht verwittern und so Wasser verlieren, ist es für die Darstellung der Jodsäure geeigneter, das gegebene Salz gut zu mischen und in einer Probe den Kalk zu bestimmen, um dann die Zersetzung durch die äquivalente Menge Schwefelsäure zu bewirken. Der Gyps krystallisirt bald und zuletzt vollständig heraus, wird entfernt, worauf dann später die Krystallisation der Jodsäure erfolgt, welche völlig farblos gewonnen werden kann.

Da durch Glühen der jodsauren Salze Jodide entstehen, kann man aus jodsaurem Kali oder Natron die entsprechenden Jodide leicht gewinnen und verwerthen.