II. Chemische Analyse anorganischer Körper.

Von

H. Weber.

Zur Bestimmung von Chlor, Brom und Jod nebeneinander empfiehlt Julius Bekk¹⁾ eine Abänderung des Verfahrens von H. Baubigny²⁾. Die Unbequemlichkeiten dieses Verfahrens lassen sich nach Bekk dadurch umgehen, dass man zur Ermittlung von Chlor und Brom den indirekten Weg einschlägt und das Gemenge von Silberchlorid und -bromid in Silberjodid überführt. Ein besonderer Apparat ist dabei nicht notwendig. Die Arbeitsweise selbst ist sehr einfach und schnell, und die Genauigkeit scheint eine verhältnismässig grosse zu sein.

Der durch Fällung der Halogene mit Silbernitrat erhaltene Silberniederschlag wird in einem kurzen Asbest- oder Glaswolle-Filterröhrchen gesammelt und das Gemenge nach dem Trocknen und Wägen der Einwirkung einer Lösung von 2 g Kaliumbichromat in 30 ccm konzentrierter Schwefelsäure (auf 0,3 bis 0,4 g Silberhalogenid) 2 Stunden lang bei 95° C. ausgesetzt, wodurch alles Jod in nicht flüchtige Jodsäure übergeführt und alles Chlor und Brom in Freiheit gesetzt wird, ohne dass diese Halogene aufgefangen werden. Gegen Ende der Einwirkung leitet man zur Entfernung des etwa gelöst gebliebenen Chlors und Broms einen Luftstrom durch die Lösung, verdünnt sie mit Wasser auf 300 bis 400 ccm, filtriert und reduziert die Jodsäure durch tropfenweises Zufügen einer konzentrierten Lösung von Natriumsulfit unter beständigem Umrühren, bis ein schwacher Geruch von schwefliger Säure auch noch nach 10 Minuten bemerkbar bleibt. (Ein Überschuss könnte eine teilweise Reduktion des Jodsilbers bewirken.) Das ausgefallene Jodsilber wird abfiltriert, mit heisser verdünnter Salpetersäure ausgewaschen, getrocknet und gewogen. Hieraus berechnet sich der Gehalt an Jod. Das Filtrat vom Jodsilber enthält alles Silber in Form von Sulfat, das vorher an Chlor und Brom gebunden war, und wird durch Zufügen einiger Kristalle von Jodkalium in Jodsilber übergeführt, das filtriert und gewogen wird. Aus den so ermittelten drei Werten lässt sich der Gehalt an Chlor, Brom und Jod ohne weiteres berechnen.

Man kann die Dauer der Analyse abkürzen, wenn man die Summe der Halogene in einer besonderen Probe bestimmt und das in einer anderen Probe gefällte Gemenge der Silberhalogenide noch nass der Einwirkung der Chromsäuremischung aussetzt.

Zur titrimetrischen Bestimmung des Fluors hat A. Greeff³⁾ eine schnell ausführbare und genaue Methode vorgeschlagen. Sie beruht darauf, dass eine Lösung von Ferrichlorid in neutralen wässrigen Lösungen von Fluoralkalien weisse kristallinische Niederschläge erzeugt, die dem Kryolith analog sind,

¹⁾ Chem. Ztg. **39**, 405 (1915). — ²⁾ Vergl. diese Ztschrft. **43**, 56 (1904), **47**, 518 (1908) und **49**, 874 (1910). — ³⁾ Ber. Deutsch. Chem. Ges. **46**, 2511 (1913).