weniger löslich als die Hauptmasse. Die Hauptmasse bildet im Mikrosiccator grosse, wahrscheinlich rhombische Krystalle, optisch negativ. Dispersion $\varrho > \beta$. Das Nitrat färbt Anilin grün, krystallisirt, gleichwie das Kobaltsalz, jedoch unverändert wieder aus.

Wenn wir uns jetzt nach einer Ausbeute für die mikrochemische Praxis umschauen, so sehen wir, dass das Verfahren für die Auffindung von Eisen völlig nutzlos ist, dass aber die Reactionen auf Kobalt und Nickel ganz brauchbar sind. Wenn die zu untersuchende Lösung keine Chloride enthält, so sind diese hinzuzufügen, zum Beispiel in Form eines kleinen Körnchens Chlornatrium.

Deventer, 8. Januar 1896.

Eine neue Bestimmungsmethode der löslichen Jodverbindungen auf titrimetrischem Wege.

Von

Professor Dr. E. Riegler.

Das Princip der Methode besteht darin, das Jod aus den Jodiden durch Jodsäure (HJO_3) frei zu machen, in Petroleumäther aufzunehmen, den Ueberschuss von Jodsäure durch Titration mittelst einer Zehntel-Normalnatriumthiosulfatlösung zu bestimmen und aus der verbrauchten Menge Jodsäure die Jodmenge zu berechnen, welche dem Jodide entspricht.

Wird nämlich eine Jodsäurelösung mit einer Lösung eines Jodides zusammengebracht, so findet Jodabscheidung nach folgender Gleichung statt:

das heisst von je einem Atom ausgeschiedenen Jodes gehören $\frac{5}{6}$ Atome dem Jodide an.

Da nun, wie aus obiger Gleichung folgt, ein Atom Jod einem Molecul Jodsäure entspricht, so ist es einleuchtend, dass man statt des Jodes die Menge Jodsäure bestimmen kann, welche zur Abscheidung des Jodes aus dem Jodide verbraucht wurde.

Die Lösung von Jodsäure, welche ich zu diesem Zwecke verwende, ist eine Zehntel-Normallösung und wird bereitet durch Auflösen von 17,6 g Jodsäure (HJO_3) in einem Liter destillirten Wassers. Zur Be-

reitung der Zehntel-Normalthiosulfatlösung geht man von der Zehntel-Normaljodsäurelösung aus.

Wird nämlich eine mit Stärkelösung versetzte Thiosulfatlösung mit einer Jodsäurelösung zusammengebracht, so findet folgende Umsetzung statt:

mithin wird, so lange ein Ueberschuss von Thiosulfat in der Lösung vorhanden ist, durch die allmählich zugefügte Jodsäurelösung die Stärke nicht blau gefärbt werden, in dem Augenblicke aber, wo der erste Tropfen dieser Säure im Ueberschuss zugefügt wird, wird Jod frei und die Stärke blau färben, welche demnach als Indicator dient.

Wie aus obiger Gleichung folgt, entspricht je einem Molecül Jodsäure ein Molecül Natriumthiosulfat, mithin einem Liter Zehntelnormaljodsäurelösung ein Zehntel Molecül Natriumthiosulfat, das heisst 17,6 *g* Jodsäure entsprechen 24,8 *g* krystallisirtem Natriumthiosulfat.

Man wiegt demnach ungefähr 28 *g* krystallisirtes Natriumthiosulfat ab, löst in einem Liter Wasser, prüft diese Lösung mit der Zehntel-Normaljodsäurelösung und verdünnt dementsprechend.

Mittelst dieser beiden Zehntel-Normalösungen bestimmt man nun das Jod in den zu untersuchenden Jodiden in folgender Weise:

In einen Scheidetrichter mit eingeriebenem Glasstöpsel bringt man eine bestimmte Anzahl Cubikcentimeter der Jodidlösung (welche nicht concentrirter als 1 procentig sein soll), fügt aus einer Bürette eine gleiche Anzahl Cubikcentimeter Zehntel-Normaljodsäurelösung hinzu, schüttelt gut durch, fügt 20 *cc* Petroleumäther hinzu, in welchen nach kräftigem Durchschütteln der grösste Theil des frei gewordenen Jodes übergeht; nach ungefähr $\frac{1}{4}$ Stunde lässt man die unter der Petroleumätherschicht befindliche Flüssigkeit, durch Oeffnen des Glashahnes, in ein Becherglas auslaufen, giesst die Petroleumätherlösung aus dem Scheidetrichter weg und bringt in denselben abermals die Flüssigkeit aus dem Becherglase mit ungefähr 15 *cc* reinen Petroleumäthers, welcher nach kräftigem Durchschütteln die letzten Reste Jod aus der Flüssigkeit aufnehmen wird. Nun wird die wässrige Lösung, durch Oeffnen des Glashahnes, aus dem Scheidetrichter in ein Kölbchen gebracht und nach Zusatz von ein wenig Stärkelösung der Ueberschuss von Jodsäure mittelst der Zehntel-Normalthiosulfatlösung zurücktitirt. Die Anzahl der Cubikcentimeter Zehntel-Normalthiosulfatlösung, welche den Ueberschuss an Jodsäure angibt, wird abgezogen von derjenigen der angewandten Cubikcentimeter Zehntel-

Normaljodsäurelösung. Die so erhaltene Differenz mit dem Factor $0,0127 \times \frac{5}{6} = 0,0106$ multiplicirt ergibt als Product die Jodmenge, welche dem zersetzten Jodide entspricht.

Multiplicirt man die auf diese Art gefundene Jodmenge mit dem Factor 1,308, so erhält man dieselbe in Form von Jodkalium ausgedrückt; multiplicirt man sie aber mit dem Factor 1,1811, so erhält man sie in Form von Jodnatrium.

In nachfolgender Tabelle habe ich die Resultate einiger nach dieser Methode ausgeführten Bestimmungen zusammengestellt als Beweis dafür, dass diese Bestimmungsmethode sehr gute Resultate gibt.

Jodkaliumlösung in 100 cc 0,9750 g KJ enthaltend.

Angewandte Jodkaliumlösung cc	Angewandte Zehntel-Normaljodsäurelösung = N cc	Zur Rücktitrirung des Ueber- schusses verbrauchte Zehntel- Normalthiosulfatlösung = N' cc	Verbrauchte Zehntel-Normaljodsäure = N - N' cc	Gefundene Menge Jodkalium berechnet nach der Formel KJ = (N - N') $\times$ 0,0106 $\times$ 1,308 g	Angewandte Menge Jodkalium g	Differenz g
5	5	1,5	3,5	0,0485	0,0487	— 0,0002
10	10	3,0	7,0	0,0970	0,0975	— 0,0005
15	15	4,5	10,5	0,1456	0,1461	— 0,0005
20	20	6,0	14,0	0,1941	0,1948	— 0,0007
25	25	7,5	17,5	0,2426	0,2435	— 0,0009
30	30	9,0	21,0	0,2912	0,2922	— 0,0010