ARCHIV DER PHARMACIE.

CXCIII. Bandes drittes Heft.

A. Originalmittheilungen.

I. Chemie und Pharmacie.

Ueber quantitative Analyse der unlöslichen Jodide.

Von Ed. Meusel.*)

Zerlegungen, welche für die Analyse der löslichen Jodide in Anwendung kommen, können nur in besonderen Fällen zur Bestimmung der unlöslichen Jodverbindungen benutzt werden.

So kann man nach Carius das Jod des Quecksilberjodids durch Umsetzung mit Silbernitrat ziemlich genau bestimmen, aber dasselbe Verfahren führt nicht zum Ziel beim Bleijodid oder bei Kupferjodür. Letzteres fällt nemlich gleichzeitig Silber, was nach meinen Versuchen nicht mit quantitativer Schärfe entzogen werden kann. (Wendet man dabei verdünnte, warme Salpetersäure an, so erleiden Theile des Jodsilbers Zersetzung und immer bleiben noch Spuren metallischen Silbers zurück.)

Auch Eisenchlorid kann nicht direct für die Analyse der unlöslichen Jodide Anwendung finden,**) und ähnlichen Schwierigkeiten, wie sie die Bestimmung des Jods bietet, begegnet man bei der Ausscheidung der Metalle.

Ich bringe nun eine Methode in Vorschlag, die, einfach in der Ausführung, präzise Resultate giebt. Sie gestattet

*) Als Separatabdruck aus Fresenius' Zeitschrift. IX. Jahrgang. 2. Heft vom Hrn. Verfasser erhalten. *H. L.*

**) Beim Quecksilberjodid z. B. wird dadurch nur die grössere Hälfte des Jods in Freiheit gesetzt.

selbst Gemische unlöslicher Jodide zu analysiren und in derselben Menge Substanz Metall und Jod quantitativ zu trennen.

Das Verfahren gründet sich auf die Löslichkeit des Quecksilber-, Blei- und Silber-Jodids, wie des Kupferjodurs in unterschwefligsaurem Natron. Am besten nimmt man ganz wenig Wasser und möglichst wenig des Natronsalzes; man operirt bei gewöhnlicher Temperatur. Schwefelammonium schlägt quantitativ aus solcher Lösung das Schwefelmetall nieder und alles Jod geht in Lösung. Der Niederschlag wird abfiltrirt und in entsprechender Weise zur Wägung vorbereitet; die Lösung wird mit Natronlauge eingedampft und der Rückstand in der Platinschale zur beginnenden Rothgluth erhitzt. Das unterschwefligsaure und das tetrathionsaure Natron werden dadurch zerstört, es bildet sich schwefligsaures Natron und Schwefelnatrium.

Diese Schmelze löse ich unter Anwendung von Wärme in wenig Wasser und setze unter Abkühlen viel festes Eisenchlorid zu. Ein grosser Theil desselben wird verbraucht durch das gebildete schwefligsaure Salz, der Rest setzt das Jod in Freiheit, was dann überdestillirt wird und, in Jodkalium aufgefangen, leicht titrimetrisch bestimmt werden kann. Eine Hauptbedingung für das Gelingen besteht in der Anwesenheit von überschüssigem Eisenchlorid. Man erkennt dies leicht an der tiefbraunen Färbung, welche nach der Zersetzung im Reaktionskolben verbleibt.

Als Belegzahlen dienen meine nachstehenden Resultate. *)

Hg J² 1,0402 Grm. gaben 0,5322 Hg S = 44,1 P. C. Hg

1,2228 „ „ 0,625 Hg S = 44,06 P. C.

Berechnet = 44,12.

Eine kleine unwägbare Spur HgS bleibt im Schwefelammonium gelöst; sie scheidet sich beim Verdampfen aus.

Ag² J² 0,914 Grm. gaben 0,484 Ag² S = 46,1 P. C.

berechnet = 45,97 P. C.

Pb J² 1,5476 „ „ 0,639 PbS = 44,70 P. C.

berechnet = 44,93 P. C.

*) Hg = 200, — S = 32 etc.

$\text{Cu}^2 \text{J}^2$ 0,7263 Grm. gaben 0,3001 $\text{Cu}^2 \text{S} = 32,99 \text{ P. C.}$
berechnet $= 33,3 \text{ P. C.}$

Jodbestimmung:

0,6179 Grm. Hg J^2 bedurften nach quantitativer Abscheidung des Quecksilbers und in oben angegebener Weise weiter behandelt 27,2 CC. Normallösung von unterschwefligsaurem Natron. Es entspricht dies 55,9 P. C. Jod; berechnet wurden 55,88 P. C.

Breslau. Laboratorium des pharmaceutischen Instituts.

Analysen von Manganmineralien unter Berücksichtigung etwaiger Beimengungen giftiger Bestandtheile.

Mitgetheilt von H. Ludwig.

I. Analyse eines Braunstein's von Giessen.

Von E. Stapff, früheren Mitgl. d. chem. pharm. Instituts.

Zur Bestimmung des Wassers wurden 1,53 Grm. des sehr fein geriebenen Braunstein's bei 120°C. getrocknet. Nach dem Trocknen wog er 1,52 Grm., hatte also 0,01 Grm. hygroskopisches HO verloren ($= 0,7 \%$).

Die Berechnungen der ferneren Bestimmungen beziehen sich stets auf getrockneten Braunstein.

1,52 Grm. getrockneter Braunstein wurde in HCl gelöst. Er löste sich ohne Rückstand. In die filtrirte Lösung wurde SO^2 eingeleitet, wodurch eine Trübung und Fällung von BaO, SO^3 entstand. Auf gewogenem Filter gesammelt, wog der BaO, SO^3 nach Verbrennen des Filters und nach Abzug der Filterasche 0,01 Grm. $= 0,43 \%$ BaO .

$$\text{BaO}, \text{SO}^3 : \text{BaO} = 0,01 : x \quad 1,52 : 0,0065 = 100 : x$$

$$116,5 : 76,5 = 0,01 : x \quad x = 0,43 \%$$

$x = 0,0065 \text{ Grm. BaO.}$

Nach völliger Austreibung der SO^2 durch Kochen wurde HS in die erwärmte Lösung geleitet, jedoch, auch nach Er-