Über die Bestimmung des Tellurs durch Fällung als Jodid.

Von

F. A. GOOCH und W. C. MORGAN.¹

BERZELIUS giebt an, daß Jodwasserstoffsäure und tellurige Säure unter Bildung von Tellurtetrajodid auf einander einwirken. Dieses wird dann durch Wasser in das Oxyjodid und durch Überschufs von Alkalijodid in ein lösliches Doppelsalz übergeführt. WHEELER² zeigte, daß das Doppelsalz, welches beim Kochen von telluriger Säure mit einer konz. Lösung von Jodkalium und verdünnter Jodwasserstoffsäure entsteht, einer bestimmten Verbindung von der Formel $2KJ \cdot TeJ_4 \cdot 2H_2O$ entspricht. Wir haben nun beobachtet, daß, wenn man Jodkalium zu einer kalten Lösung von telluriger Säure hinzufügt, die wenigstens $\frac{1}{4}$ ihres Volums an konz. Schwefelsäure enthält, keine Bildung eines Doppelsalzes erfolgt, wenn nicht die Menge des Jodkalium den Betrag übersteigt, welcher notwendig ist, um die tellurige Säure in das Tetrajodid überzuführen, gemäß der Gleichung:

Das so gebildete Tellurtetrajodid ist in Schwefelsäure von der angegebenen Stärke vollkommen unlöslich. Im Überschufs von Jodkalium dagegen ist es löslich und wird von Wasser unter Bildung von Telluroxyjodid und Jodwasserstoffsäure zersetzt. Es entsteht zuerst als fein verteilter dunkelbrauner Niederschlag, der sich beim kräftigen Rühren der Lösung zusammenballt und gut absitzt, während die überstehende Flüssigkeit vollkommen klar wird. Man kann von dieser Eigenschaft Gebrauch machen, um bei vorsichtigem Zusatz von Jodkaliumlösung den Punkt zu bestimmen, bei welchem die Fällung des Tellurjodids vollständig ist, und es läßt sich hierauf

¹ Ins Deutsche übertragen von EDMUND THIELE.

² Diese Zeitschr. 3, 428.

eine einfache Methode zur direkten volumetrischen Bestimmung kleinerer Mengen von Tellur begründen.

Wir benutzten bei unseren Versuchen Tellurdioxyd, welches durch Oxydation von reinem Tellur mit Salpetersäure und Erhitzen des Rückstandes bis zur Rotglut dargestellt war. Abgewogene Mengen dieses Oxyds wurden im Erlenmeyerkolben in sehr wenig konz. Ätzkalilösung gelöst und mit verdünnter Schwefelsäure vorsichtig neutralisiert, bis die tellurige Säure eben wieder gelöst war. Zu dieser Lösung wurde halb verdünnte Schwefelsäure in solcher Menge zugesetzt, daß nach dem Vermischen mit der wässerigen Lösung von Jodkalium die konz. Schwefelsäure wenigstens $\frac{1}{4}$ des ganzen Volums der Lösung betrug. Der Erlenmeyerkolben wurde nun auf eine Glasplatte, die mittelst Holzklötzchen ungefähr 1 cm über der mit weißem Papier bedeckten Oberfläche des Tisches stand, gesetzt. Eine ungefähr $\frac{1}{10}$ Normallösung von Jodkalium (frei von Jodat), deren Jodgehalt vorher sorgfältig nach der in einer früheren Abhandlung¹ aus unserem Laboratorium beschriebenen Methode bestimmt war, liefs man langsam aus einer Burette in die Mitte des Erlenmeyerkolbens einfließen. Sobald die Tropfen der Jodkaliumlösung an die Flüssigkeit gelangten, bildete sich ein Niederschlag, und wenn dann die Flüssigkeit so undurchsichtig geworden war, daß die Wirkung der einfallenden Jodkaliumlösung nur noch schwierig beobachtet werden konnte, schüttelte man den Kolben, bis der Niederschlag sich zusammengeballt und abgesetzt hatte und setzte die Titration von neuem fort. Wir arbeiteten mit Mengen von Tellurdioxyd, die zwischen 0.025 g und 0.1 g schwankten. Eine gröfsere Menge läfst sich kaum mit Genauigkeit bestimmen, ohne den Niederschlag jedesmal durch Filtration zu entfernen. Bei einer Gröfse des Erlenmeyerkolbens von 10 cm Durchmesser am Boden und einem schließlichen Volum von nicht mehr als 100 ccm konnten wir die Fällung leicht verfolgen.

Die Resultate einer Reihe von Bestimmungen, welche nach der oben beschriebenen Methode ausgeführt wurden und die in der folgenden Tabelle zusammengestellt sind, stimmen ziemlich überein und genügen der Theorie des Vorganges, wenn wir das Atomgewicht des von uns benutzten Tellurs zu 127 annehmen. Wir sind berechtigt, diese Zahl als die richtige zu betrachten, da sie sich als Mittel ergibt aus 12 Oxydationsversuchen durch Normalperman-

¹ *Amer. Journ. Sc. and Arts.* 29, 188.

ganatlösung, die mit dem gleichen Tellurmaterial ausgeführt wurden, welches auch oben in Anwendung kam, ebenso wie die aus den 12 Reduktionsversuchen¹ der so erhaltenen Tellursäure mit Bromwasserstoffsäure.

Schließl. Volum	Konzentriert. H ₂ SO ₄	Als KJ angewandt. J	Angewandtes TeO ₂	Gefundenes TeO ₂	Fehler
ccm	ccm	g	g	g	
50	17	0.0706	0.0223	0.0221	—0.0002
50	17	0.0764	0.0244	0.0239	—0.0005
50	17	0.1591	0.0496	0.0499	+0.0003
60	17	0.1655	0.0517	0.0519	+0.0002
60	17	0.1578	0.0498	0.0494	—0.0004
80	30	0.1591	0.0498	0.0499	+0.0001
100	30	0.3179	0.1001	0.0997	—0.0004
100	30	0.3186	0.1008	0.0999	—0.0009
100	30	0.3208	0.1011	0.1005	—0.0006
100	30	0.3208	0.1010	0.1005	—0.0005

Die Bestimmungen zeigen, daß die Methode, welche sehr rasch auszuführen ist, genaue Resultate ergibt.

¹ Diese Zeitschr. 7, 132.

The Kent Chemical Laboratory of Yale University.

Bei der Redaktion eingegangen am 3. August 1896.