Kali und 3 Atomen Säure. Das erstere wird erzeugt bei unvollständiger Sättigung des Chlorjods durch Kali, in Gestalt einer krystallinischen Doppelverbindung, welche, nach Absonderung, Auflösung und Krystallisation, doppel-jodsaures Kali giebt. Das andere entsteht aus der Einwirkung von Salpeter-, Phosphor-, Chlorwasserstoff-, Kieselfluorwasserstoff- oder, was noch vorzüglicher ist, von Schwefel-Säure auf neutrales jodsaures Kali, oder durch directe Uebersättigung des Kali's mit einem grossen Ueberschuss von Jodsäure.

2) Dafs bei unvollständiger Sättigung des Kali's mit Chlorjod, folglich unter dem Einflufs eines Ueberschusses von Chlorwasserstoffsäure, eine wohl krystallisirte Doppel-Verbindung von Chlorkalium und doppelt-jodsaurem Kali gebildet wird.

3) Dafs es weder saures jodsaures noch chlor-jodsaures Natron giebt.

4) Dafs man das Davy'sche Verfahren zur Darstellung von Jodsäure mittelst Chloroxyd und Jod, durch eine Fällung des Natrons aus jodsaurem Natron mittelst Kieselfluorwasserstoffsäure, deren Ueberschuss bei der Operation verfliegt, ersetzen kann.

XIII. *Krystallisirte Jodsäure; Nichtexistenz der Jodschwefel-, Jodsalpeter- und Jodphosphor-Säure; von Hrn. Sérullas.*

(*Annal. de chim. et de phys. T. XLIII. p. 216.*)

In der Abhandlung, welche ich die Ehre hatte in einer der letzten Sitzungen der Academie vorzulesen, lehrte ich, unter andern neuen Thatsachen, auch ein Verfahren zur leichten Darstellung der Jodsäure kennen. Bei dieser Gelegenheit sprach ich von der Möglichkeit, sie kry-
stal-

stallisirt zu erhalten, ohne das dazu angewandte Mittel genau anzugeben, weil ich damals nur erst einen einzigen Versuch angestellt hatte, und noch nicht hinlänglich über den Gegenstand unterrichtet war.

Heute kann ich die Jodsäure vollkommen krystallisirt vorzeigen, während man sie bis jetzt durch Eintrocknung ihrer Lösung nur als weißes Pulver dargestellt hat.

Ich werde nun die angewandten Verfahrungsarten in der Kürze beschreiben.

1) Die Jodsäure, welche man durch Einwirkung von Kieselfluorwasserstoffsäure auf jodsaures Natron erhalten hat, löse man in Wasser, versetze sie mit einer gewissen Quantität einfacher Fluorwasserstoffsäure, filtrire sie, um den entstandenen weißen Niederschlag abzusondern, und lasse das Gemenge in einer Trockenkammer stehen.

Die Krystalle, welche sechsseitige, wie es scheint einem Octaëder angehörige, Lamellen sind, enthalten, nachdem sie von der Mutterlauge abgesondert sind, noch etwas Fluorwasserstoffsäure; allein eine geringe Wärme verflüchtigt dieselbe, und man braucht daher nur die Krystalle auf Papier zu legen und zu erwärmen.

Wohl zu merken ist, daß man die Glastrichter und Glasschalen, welche man bei diesen Operationen gebraucht, mit einer Schicht Wachs überziehen muß, um sie vor der bekannten Wirkung der Fluorwasserstoffsäure zu schützen.

2) Eine verdünnte und mit Schwefelsäure vermischte Lösung von Jodsäure giebt, bei freiwilliger Verdampfung in einer Trockenkammer, Jodsäure in Krystallen.

3) Jodsäure, zur Syrupconsistenz eingedickt und an einen trocknen Ort gestellt, krystallisirt. Um recht deutliche Krystalle zu erhalten, muß man den flüssigen Theil vor der gänzlichen Austrocknung abgießen.

4) *Directes Verfahren.* Man mache eine Lösung von jodsaurem Natron, und erhitze sie 12 bis 15 Minuten lang bis zum Sieden mit einem Ueberschuß von Schwefelsäure, mit wenigstens der doppelten Quantität, die zur

Sättigung des im angewandten Salze enthaltenen Natrons nöthig ist, und filtrire sie dann. Die hinreichend eingedampfte und in einer Trockenkammer in eine Temperatur von 20 bis 25° C. gestellte Flüssigkeit zeigt dann in sehr kurzer Zeit eine krystallinische Masse, welche man absondert und mit sehr wenigem Wasser wäscht. Man bringt sie dann auf Josephspapier, läßt sie abtröpfeln und trocknet sie auf dem Ofen; drückt man sie dann, so zertheilt sie sich in kleine glänzende Krystalle. Die Mutterlauge enthält Schwefelsäure, schwefelsaures Natron und etwas Jodsäure, die nicht vollständig abgeschieden werden kann.

Die so erhaltene Jodsäure ist rein, wovon man sich leicht überzeugen kann, wenn man eine Portion derselben in einem Glasrohre bis zum Rothglühen erhitzt; sie muß dann gänzlich verschwinden. Enthielte sie noch einige Spuren jodsauren Natrons, so unterwirft man sie, mit einem Zusatz von Schwefelsäure, einer zweiten Lösung und Krystallisation.

Dieser Versuch, welcher mir an sich sehr wichtig erscheint, weil er uns zeigt, daß die Schwefelsäure im Stande ist, die Jodsäure vom Natron, mit dem sie in so großer Menge verbunden ist, abzuscheiden, scheint es noch mehr durch die folgende hiedurch veranlaßte Beobachtung zu werden.

Ich habe gefunden, daß die Substanzen, welche Davy Jod-Schwefelsäure, Jod-Salpetersäure, Jod-Phosphorsäure benannt und als Doppelsäuren in festen Verhältnissen betrachtet hat, nicht existiren.

Wenn man nämlich Schwefelsäure oder Salpetersäure in eine concentrirte Lösung von Jodsäure gießt, so entsteht augenblicklich ein Niederschlag, welcher, nachdem er abgesondert, etwas mit Wasser gewaschen, auf Fließpapier gelegt und an einen trocknen Ort gebracht worden ist, gänzlich alle etwa enthaltende Schwefelsäure oder Salpetersäure abgiebt, so daß, nach Wechslung des Pa-

piers, nur reine Jodsäure zurückbleibt. Man kann also, wie schon gesagt, die Jodsäure in durchsichtigen Krystallen bekommen, wenn man eine Lösung derselben mit Schwefelsäure oder Salpetersäure erhitzt und erkalten, oder, wenn sie sehr verdünnt ist, in einer Trockenkammer langsam abdampfen läßt. Die Salpetersäure, da sie leicht zu verflüchtigen ist, verdient zur Wiederauflösung der Jodsäure, wenn man sie in schönen Krystallen haben will, den Vorzug.

Es scheint, als begünstigen die Säuren die Krystallisation der Jodsäure, indem sie sich mit dem Wasser vereinigen, zu welchem sie mehr Verwandtschaft als die Jodsäure haben müssen.

Von der gänzlichen Abwesenheit der Schwefelsäure in dieser Jodsäure habe ich mich dadurch überzeugt, daß ich sie mit Kali sättigte, das erhaltene Salz trocknete und in einer Röhre rothglühte. Der Rückstand, zur Austreibung des Jods mit Salpetersäure behandelt und darauf gelöst, zeigte mit Barytsalzen nicht die geringste Spur von Schwefelsäure.

Zur Prüfung auf einen Gehalt von Salpetersäure wurde die Jodsäure ebenfalls mit Kali gesättigt, das Salz getrocknet, mit Kupferfeilicht in eine Röhre gebracht, und mit Schwefelsäure übergossen. Bei Erwärmung wurden weder der röthliche Dampf noch der charakteristische Geruch der salpetrichen Säure verspürt; während bei dem geringsten Zusatz von Salpeter diese Erscheinungen sogleich auf's allerdeutlichste hervortraten.

Die krystallisirte Jodsäure ist sehr löslich im Wasser, dagegen ungemein wenig in Alkohol, welcher sie vielmehr aus ihrer Lösung in Wasser niederschlägt. An der Luft erlitt sie nach mehreren Tagen keine merkliche Aenderung, und ich habe nicht gefunden, daß sie in diesem krystallinischen Zustande bedeutend Feuchtigkeit aus der Luft angezogen hätte. Sie besitzt einen eigenthümlichen Geruch, in welchen man den des Jods nicht verkennen

kann, und dieser Geruch ist nur dann recht deutlich, wenn man die Flaschen, in denen sie enthalten ist, öffnet. Ich habe nicht gesehen, daß sie Gold angriffe, wie man angegeben hat.

Wenn man die Abhandlung von Davy nachliest *), so sieht man, daß er nur mit einigen Granen gearbeitet hat, woraus hervorgeht, daß ihm nur eine sehr geringe Menge von dieser Substanz zu Gebote stand, und daß er sich daher bei seinen Versuchen leicht irren konnte. Daß diese noch von Niemanden wiederholt worden sind, liegt wahrscheinlich in der bisherigen Schwierigkeit, die Jodsäure darzustellen. Es ist mir eine Genugthuung, diese Schwierigkeit gehoben zu haben, indem ich den Chemikern ein Mittel an die Hand gab, sich diese Jodsäure in Menge zu verschaffen; so daß sie nun Untersuchungen mit ihr anstellen und vielleicht nützliche Anwendungen von ihr machen können.

XIV. Beobachtung über das Chlorjod; von Hrn. Sérullas.

(*Annal. de chim. et de phys. T. XLIII. p. 208.*)

Die schöne Arbeit des Hrn. Gay-Lussac über das Jod liefert uns noch heute, nach funfzehn Jahren, daß die Chemiker aus ihr schöpfen, mehrere allgemeine Ansichten, welche als Grundlage interessanter Untersuchungen für die Wissenschaft dienen können. Einige Körper aus der großen Zahl derer, die wir hier zum ersten Male kennen lernen, sind, wie schon bei Gelegenheit meiner Abhandlung über die sauren jodsauren Salze des Kali's gesagt ist, einer ausführlicheren Untersuchung fähig, als sie der Verfasser aus Mangel an Zeit unterwerfen konnte.

*) *Annal. de chimie, T. XCVI. p. 289.*