

Salzsäure oder mit verdünnter Schwefelsäure ansäuert; jedoch enthält die Salzsäure bisweilen Spuren von Eisenchlorid oder Chlor, welche beide bei Gegenwart von Jodkalium Jod in Freiheit setzen, weshalb der Verfassers die verdünnte Schwefelsäure vorzieht.

Wenn man bei dieser Reaction eine Zehntel-Normallösung von chromsaurem Kali anwendet, und wenn man das in Freiheit gesetzte Jod mit unterschwefligsaurem Natron unter Zusatz von Stärke titirt, so fällt es sehr schwer, das Ende der Reaction wahrzunehmen.

Dagegen geht die Titration sehr gut von Statten, wenn man Hundertstel-Normallösungen benutzt. Die Art und Weise des Verfahrens ist dann die folgende:

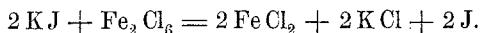
20 cc 10 procentiger Jodkaliumlösung werden mit 10 cc Schwefelsäure (1:4) angesäuert und 20 cc Hundertstel-Normallösung von chromsaurem Kali zugesetzt.

Man lässt nun die Lösung des unterschwefligsauren Natrons so lange in die Jodlösung einlaufen, bis die rothe Farbe in eine sehr klare, grünlich-gelbe umgeschlagen ist, fügt 1 cc frisch bereitete Stärkelösung hinzu und fährt in bekannter Weise fort.

Die angeführten Belege sind zufriedenstellend.

Eine Methode zur titrimetrischen Bestimmung des Jodkaliums empfiehlt E. Fallières.*)

Dieselbe beruht auf der bekannten und bereits maassanalytisch verwerteten Thatsache, dass aus einer kochenden Lösung von Jodkalium mittelst Eisenchlorids alles Jod in Freiheit gesetzt wird.



0,764 g Jod werden mit 1 g Jodkalium in Wasser gelöst und das Volumen der Lösung auf 100 cc gebracht; 1 cc dieser Lösung enthält genau diejenige Menge freies Jod (0,00764 g), welche in 0,01 g reinem Jodkalium enthalten ist, mithin entspricht 0,1 cc 1 mg Jodkalium.**) Man prüft dann, wie viele Cubikcentimeter einer Auflösung von unterschwefligsaurem Natron (3:1000) gebraucht werden, um die Färbung von 10 cc der obigen Jodlösung vollständig zu zerstören, z. B. 51 cc.

Behufs Ausführung der Bestimmung wird 0,1 g von dem zu prüfenden Jodkalium mit überschüssiger 25 procentiger Eisenchloridlösung

*) Journ. Pharm. Chim., Ser. 5, 11, 657. — Chemische Industrie 8, 300.

**) Man kann die Methode noch empfindlicher machen, wenn man die Jodlösung um das Zehnfache verdünnt.

in einem kleinen Kolben gekocht und das überdestillirende Jod in einer Vorlage aufgefangen, welche 4—5 g Chloroform und 51 cc der Lösung von unterschwefligsaurem Natron enthält, also genau so viel, als durch 10 cc der Jodlösung, beziehungsweise durch das in 0,1 g chemisch reinem Jodkalium enthaltene Jod in tetrathionsaures Natron übergeführt wird. Der Ueberschuss der Hyposulfitlösung wird nun mit der obigen Jodlösung zurücktitrirt und die hierbei verbrauchte Menge gibt die Jodkaliummenge an, welche das zu untersuchende Jodkalium zu wenig enthält. Sind zum Beispiel 7,3 cc Jodlösung nöthig gewesen, so enthält das Jodkalium $100 - 7,3 = 92,7\%$ reines Jodkalium.

Bromkalium beeinträchtigt die Methode nicht; vorhandenes jodsaures Salz wird dagegen mit bestimmt.

Der Verfasser benützt das Verfahren auch zur maassanalytischen Bestimmung des Eisens.

Eine neue Methode zur quantitativen Bestimmung des Schwefels theilt Nicolaus von Klobukow*) mit, welche den Zweck verfolgt, die Bestimmung der Gesamtmenge des Schwefels in sämmtlichen durch Säuren zersetzbaren Schwefelverbindungen auf maassanalytischem Wege zu ermöglichen.

Bekanntlich treten als Zersetzungsprodukte der Schwefelverbindungen durch Säuren**): Schwefelwasserstoff, schweflige Säure, Schwefel und in einigen besonderen Fällen Schwefelsäure auf.

Es belehrten nun Versuche den Verfasser, dass durch Wasserstoff in statu nascendi nicht nur die schweflige Säure, sondern auch der durch Zersetzung einiger Schwefelverbindungen sich ausscheidende Schwefel unter gewissen Bedingungen quantitativ in Schwefelwasserstoff übergeführt werden könne.

Das Princip der Methode besteht demnach in der Reduction der

*) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin 18, 1861.

**) Zur Orientirung mögen die hier in Betracht kommenden Zersetzungen angeführt werden:

1. $\text{Na}_2\text{S} + 2\text{HCl} = 2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{S}.$
2. $\text{Na}_2\text{S}_n + 2\text{HCl} = 2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{S} + \text{S}_{n-1}.$
3. $\text{Na}_2\text{SO}_3 + 2\text{HCl} = \text{SO}_2 + \text{H}_2\text{O} + 2\text{NaCl}.$
4. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + 2\text{HCl} = \text{SO}_2 + \text{S} + \text{H}_2\text{O} + 2\text{NaCl}.$
5. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_6 + 2\text{HCl} = \text{SO}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{NaCl}.$
6. $\text{Na}_2\text{S}_3\text{O}_6 + 2\text{HCl} = \text{SO}_2 + \text{S} + \text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{NaCl}.$
7. $\text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6 + 2\text{HCl} = \text{SO}_2 + 2\text{S} + \text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{NaCl}.$
8. $\text{Na}_2\text{S}_5\text{O}_6 + 2\text{HCl} = \text{SO}_2 + 3\text{S} + \text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{NaCl}.$