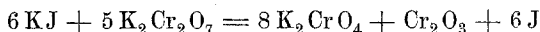


**Reinstes Jod**, zum Beispiel zur Herstellung von Normallösungen, gewinnt L. de Koninck<sup>1)</sup> durch Erhitzen eines trockenen Gemisches von Jodkalium und Kaliumbichromat, in welchem sich die Mengen an diesem und Jod wie 1,5 bis 2 zu 1 verhalten, und Kondensation der frei gewordenen Joddämpfe in einer Vorlage. Der Prozess, welcher sich nach der Gleichung:



vollzieht, ergibt nahezu die theoretische Ausbeute an Jod, mindestens aber aus 100 Teilen Jodkalium 73 Teile Jod.

## II. Chemische Analyse anorganischer Körper.

Von

H. Weber

Die Analyse des Bauxits bietet besonders durch die vorhandene Titansäure gewisse Schwierigkeiten. Bei den weissen Bauxiten, in welchen gewöhnlich eine gesonderte Bestimmung des Eisenoxyds verlangt wird, bestimmt man häufig Titansäure und Eisenoxyd aufeinanderfolgend durch Titration mit Permanganat, nachdem man beide Körper zuvor durch Reduktion in die niedrigste Oxydationsstufe übergeführt hat. Dieses Verfahren führt jedoch zu beträchtlichen Differenzen, weil es nur schwer gelingt, die Titansäure vollständig zu reduzieren, und weil sich bei der Titration mit Permanganat nicht genau erkennen lässt, wann die Oxydation des Titans beendet ist.

Bei den roten Bauxiten wird meist nur die Summe von Eisenoxyd und Titansäure durch Fällung mit Natronlauge bestimmt und von der Gesamtmenge von Tonerde, Eisenoxyd und Titansäure in Abzug gebracht. Eisenoxyd und Titansäure werden hierbei oft um etwa ein Prozent zu hoch gefunden, da durch die Reagenzien und die Gefässe immer geringe Mengen von Kieselsäure in die Lösung gelangen, welche als unlösliches Aluminiumsilikat mitgefällt werden. Ausserdem ist der Niederschlag stets natronhaltig, auch wenn er in Salzsäure gelöst und nochmals mit Ammoniak abgeschieden wird. Wahrscheinlich findet eine Bildung von Natriumtitanat statt, das zwar durch Salzsäure gelöst, aber nicht zersetzt wird.

<sup>1)</sup> Bull. Acad. Belge 1003, 15; durch Deutsch-Amerikanische Apotheker-Zeitung 24, 89.

Nach einer Mitteilung von A. Leclerc<sup>1)</sup> wird die Titansäure, ebenso wie die Kieselsäure, bei Gegenwart von Ameisensäure unter gewissen Bedingungen vollständig gefällt. Leclerc löst bei der Analyse von Silikaten die Schmelze in siedendem Wasser unter Zusatz von so viel Ameisensäure, dass die Flüssigkeit schliesslich 5% freie Säure enthält, und erhitzt zwei Tage lang auf 100° C. Kieselsäure und Titansäure werden hierbei quantitativ gefällt, ohne gelatinös zu werden. Nach dem Abfiltrieren des Niederschlags wird das Filtrat mit Ammoniak neutralisiert und auf 100° C. erhitzt, wodurch Eisen und Aluminium quantitativ als Formiate abgeschieden werden.

Eine Abänderung dieses Verfahrens benutzt E. Taurel<sup>2)</sup> zur Abscheidung der Titansäure bei der Analyse des Bauxits. 2 g Bauxit werden in bekannter Weise durch Schmelzen mit 8–10 g kohlensaurem Natronkali aufgeschlossen, die Schmelze wird mit Wasser und 20 cc konzentrierter Schwefelsäure aufgenommen und in einer Porzellanschale bis zum Entweichen von Schwefelsäuredämpfen verdampft. Nach dem Erkalten nimmt man mit Wasser auf, filtriert die Kieselsäure ab und bringt die Lösung, sofern nur die Summe von Eisenoxyd und Titansäure zu bestimmen ist, auf 1 l. 100 cc dieser Lösung, entsprechend 0,2 g Bauxit, lässt man langsam und unter Umschwenken in eine Flasche einfließen, welche 10 cc Ammoniak und 50 cc Wasser enthält. Man erhitzt zum Kochen, dekantiert und filtriert durch ein gehärtetes Filter. Der mit siedendem Wasser ausgewaschene Niederschlag wird in verdünnter Salzsäure gelöst, nochmals in gleicher Weise mit Ammoniak gefällt, bis zum Verschwinden der Chlorreaktion ausgewaschen, alsdann gegläht und gewogen. Das Gewicht des Niederschlags ergibt die Summe von Tonerde, Eisenoxyd und Titansäure.

Sodann werden 200 cc der Lösung, entsprechend 0,4 g Bauxit, mit Ammoniak neutralisiert und der gebildete Niederschlag durch Zusatz von Ameisensäure gelöst, indem man von letzterer so viel hinzugibt, dass ein Überschuss von etwa 5 cc vorhanden ist. Hierauf fügt man 1 g Natriumsulfit hinzu oder leitet schweflige Säure ein und erhitzt ungefähr eine Stunde zu gelindem Sieden. Die Titansäure wird hierbei vollständig abgeschieden. Man gibt nun so viel einer Lösung von zitronensaurem oder weinsteinsaurem Ammon hinzu, dass die Menge der

---

1) Comptes rendus 137, 50.

2) Annales de chim. analytique Sept. 1904; vom Verfasser eingesandt.

organischen Säure das 8—10fache der vorhandenen Tonerde beträgt, versetzt mit einem Überschuss von Ammon und mit Schwefelammonium. Nachdem man auf 80° C. erwärmt und der Niederschlag sich abgesetzt hat, filtriert man ab und wäscht mit warmem, etwas Schwefelammonium enthaltendem Wasser aus. Die Filtration geht rasch und glatt von statten, da die Titansäure von dem Schwefeleisen eingeschlossen wird. Der sorgfältig ausgewaschene Niederschlag wird geglüht, das Gemenge von Eisenoxyd und Titansäure gewogen und der gefundene Prozentgehalt von der Summe von Tonerde, Eisenoxyd und Titansäure abgezogen. Der Fehler, der durch zurückbleibenden Schwefel und durch unvollständige Oxydation des Eisenoxyds veranlasst wird, ist so gering, dass er ganz ausser Betracht bleiben kann.

Bei den weissen Bauxiten, sowie auch bei anderen Bauxiten, wenn in diesen eine gesonderte Bestimmung von Eisenoxyd und Titansäure verlangt wird, verfährt man in folgender Weise. Man neutralisiert die nach dem Abfiltrieren der Kieselsäure erhaltene Lösung mit Ammoniak, bis sich ein Niederschlag gebildet hat, gibt einen Überschuss von etwa 10 cc Ameisensäure hinzu und erhält die mit schwefliger Säure reduzierte Lösung eine Stunde in gelindem Sieden, wobei man erforderlichenfalls das verdampfende Wasser ersetzt. Nachdem die Fällung einige Stunden gestanden hat, dekantiert man die klare Flüssigkeit mit einem Heber und bringt den Niederschlag auf ein Filter. Hierbei muss ein besonders gutes Filtrierpapier benutzt werden, da der Niederschlag anfangs stets trübe durch das Filter geht und das Filtrat erst nach mehrmaligem Zurückgiessen klar wird. Die ausgewaschene Titansäure wird geglüht und gewogen, sie ist nach dem Glühen vollkommen weiss oder kaum gelblich gefärbt, in Folge eines ganz geringen Eisengehaltes. Filtrat und Waschwasser bringt man alsdann auf 1 l und bestimmt in 100 cc der Lösung durch wiederholte Fällung mit Ammon die Summe von Tonerde und Eisenoxyd. 500 cc der Lösung werden mit zitronensaurem Ammon, Ammon und Schwefelammonium versetzt, das Schwefeleisen wird abfiltriert, ausgewaschen, durch Glühen in Eisenoxyd übergeführt und als solches gewogen. Eben so gut kann man den ausgewaschenen und schwach geglühten Niederschlag wieder in Lösung bringen und das Eisen auf titrimetrischem Wege bestimmen. Die Tonerde ergibt sich nach Abzug des Eisenoxyds von der zuvor ermittelten Summe von Tonerde und Eisenoxyd.

Der Verfasser hat die Zuverlässigkeit der Methode durch zahlreiche Versuche festgestellt, welche mit bekannten Mengen von Tonerde, Eisenoxyd und Titansäure ausgeführt wurden.

**Zum Nachweis der Cyanwasserstoffsäure bei Gegenwart von Rhodan-, Ferrocyan- und Ferridecyanwasserstoffsäure und deren Salzen** verfährt L. E. Preiss<sup>1)</sup> folgendermaßen: Man versetzt die zu prüfende Lösung, aus welcher etwaige Schwermetalle und alkalische Erden durch Kochen mit Natriumkarbonat entfernt worden sind, mit Kalilauge, gibt 0,5 g reine Aluminiumfeilspäne hinzu und lässt in lose verstopfter Flasche 15 Minuten stehen. Hierbei wird das Ferridecyankalium zu Ferrocyankalium reduziert. Man überzeugt sich von der beendeten Reaktion, indem man einen kleinen Teil der klaren Lösung ansäuert und mit Ferrosulfat versetzt. Alsdann säuert man die ganze Lösung mit Salzsäure an und fällt die Ferrocyanwasserstoffsäure mit überschüssigem Quecksilberchlorid. Nachdem man einige Minuten geschüttelt hat, filtriert man ab, wobei das Filtrat, wenn es nicht vollkommen klar ist, nochmals zurückgegossen wird, und wäscht etwas mit verdünnter Quecksilberchloridlösung aus. Die Flüssigkeit wird nun mit Kalilauge alkalisch gemacht, der Quecksilberniederschlag abfiltriert und ausgewaschen und das Filtrat nach Zusatz von Ferrosulfat zum Kochen erhitzt. Das vorhandene Cyankalium wird hierbei in Ferrocyankalium übergeführt und letzteres in der filtrierten Lösung nach dem Ansäuern mit Salzsäure mit Eisenchloridlösung nachgewiesen. Der sich bildende Niederschlag von Berlinerblau gibt sich jedoch in der schmutzig gefärbten Flüssigkeit erst zu erkennen, wenn man das vorhandene Eisenrhodanid mit Quecksilberchlorid entfärbt. Ist die Lösung stark sauer und war in der ursprünglichen Lösung nur wenig Cyanwasserstoffsäure vorhanden, so zeigt sich nur eine grüne Färbung und erst nach längerem Stehen scheiden sich einige Flocken von Berlinerblau ab. Zu beachten ist, dass sämtliche Lösungen kalt zu halten sind.

---

<sup>1)</sup> American chemical Journal 28, 240.