

statt Quellwasser zur Destillation mit mangansaurem Kali verwendete, merkbare Ammoniakmengen im Destillat fand, was beweist, dass das mangansaure Salz das Ammoniak nicht zerstört. Er erklärt es in diesem Falle für unvermeidbar, eine zweite Destillation unter Zusatz einiger Tausendstel von saurem schwefelsaurem Kali oder Natron eintreten zu lassen.

Das so bereitete Wasser kann in einem offenen Gefäß verdampft werden, ohne dass es die geringste Spur Rückstand hinterlässt, einerlei ob man unmittelbar nach seiner Bereitung oder nach langem Stehen in einer verschlossenen Flasche oder nach dem Vermischen mit Salpeter- oder Salzsäure die Verdampfung vornimmt, während das nach der gewöhnlichen Art aus Regen- oder Quellwasser gewonnene destillierte Wasser, auch wenn es zweimal destilliert worden ist, stets flüchtige organische Materien enthält, die in einer gewissen Zeit von selbst fest werden und die durch Säuren augenblicklich in nicht flüchtige Körper verwandelt werden, was der Verf. daraus schliesst, dass sich solches Wasser zwar bei der sofort nach seiner Darstellung vorgenommenen Verdampfung vollständig verflüchtigt, nach dem Aufbewahren während einiger Tage in Porcellan- oder Platingefässen jedoch beim Verdampfen einen sehr merkbaren, bräunlich gelben, beim Glühen an der Luft vollständig verbrennenden Rückstand hinterlässt und auch nach dem Vermischen mit reiner Salz- oder Salpetersäure beim Verdampfen einen gelben Rückstand liefert.

Ueber die Darstellung völlig reinen Jods. J. S. Stas *) spricht die Ansicht aus, dass keine der bisher für die Reinigung des Jods angegebenen Verfahrungsweisen das Vertrauen verdiene, dass sie geeignet sei, ein von Chlor und Brom völlig freies Produkt zu liefern, und fand von allen Methoden, welche diesen Zweck zu erreichen versprechen, nur zwei brauchbar, nämlich die Fällung aus einer Lösung von Jod in Jodkalium durch Wasser und die Zersetzung des Jodstickstoffs (Dijodamin's beim Verf.) durch Wärme, wobei Chlor und Brom mit dem Kalium oder dem Ammonium vereinigt bleiben müssen.

Bei Verfolgung des erstgenannten Weges sättigte der Verf. eine Lösung von einem Kilogramm Jodkalium in einem Liter Wasser mit Jod (wozu fast vier Kilogramm Jod nothwendig sind), fügte hierzu so lange Wasser bis ein bleibender Niederschlag von Jod entstand, decantirte nach 24 Stunden, bestimmte mit einer Portion dieser Lösung

*) In dem auf S. 417 citirten Werk, 137.

die Wassermenge, welche nöthig war, um das Jod, das man auf diese Weise fällen kann, auszuschcheiden, und vermischte die übrige Menge der Lösung, um nicht alles Jod niederzuschlagen, nur mit drei Viertel dieser Wassermenge. Das ausgeschiedene Jod destillirte er nach dem Auswaschen, und nachdem es in Wasser vertheilt war, mit Wasserdämpfen über, liess es abtropfen und trocknete es, indem er es unter eine Glasglocke neben salpetersaure Kalkerde stellte, welche stets erneuert wurde, sobald sie feucht geworden war. Dieses Salz war die einzige Substanz, welche der Verf. zum Trocknen des Jods gebrauchen konnte, da alle anderen es unrein machten. Eine völlige Austrocknung des Jods lässt sich jedoch auf diese Weise nicht bewirken. Um diesen Zweck zu erreichen und zugleich das Jod von Jodwasserstoffsäure zu befreien, mischte der Verf. dasselbe mit 5 Proc. seines Gewichtes von reinem, pulverisirtem Baryt, destillirte es in eine als Vorlage dienende tubulirte Retorte, welche von demselben Baryt enthielt, rectificirte in eine leere Retorte und destillirte es aus dieser direkt in die Gefässe, in denen es Verwendung finden sollte.

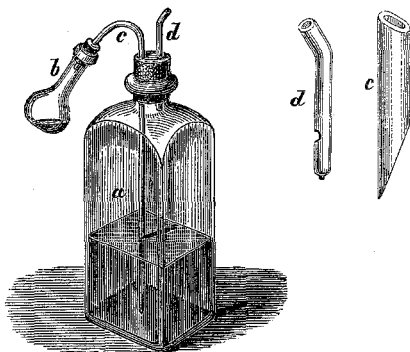
Zur Darstellung des Jodstickstoffs fügte der Verf. zu pulverisirtem Jod — er verarbeitete fast immer 500 Grm. auf einmal — unter beständigem Umrühren reines, möglichst concentrirtes Ammoniak, bis die anfangs stark dunkelbraune Flüssigkeit beinahe farblos geworden war und wusch den Jodstickstoff durch Decantation mit concentrirtem Ammoniak, welches darauf nicht einwirkt, aus. Nachdem derselbe hierdurch vom Jodammonium befreit war, brachte ihn der Verf. in einen ausgezogenen Trichter, liess das Ammoniak möglichst abtropfen und befeuchtete ihn mit Wasser. Hierbei ging seine frühere deutlich schwarze Farbe in eine bräunliche über und das Waschwasser färbte sich durch gebildetes jodirtes Jodammonium gelb bis orangebraun. Wird das so erhaltene Präparat in eine grosse Menge Wasser vertheilt, so zersetzt es sich bei gewöhnlicher Temperatur so langsam, dass z. B. zur fast vollständigen Zersetzung von 250 Grm. 4 bis 6 Wochen Zeit erforderlich sind; durch eine geeignete Temperaturerhöhung kann es jedoch sehr rasch zersetzt werden, und zwar ohne dass die geringste Gefahr dabei eintritt. Ueberhaupt zeigen die Erfahrungen des Verfassers, dass man die explodirenden Eigenschaften des feuchten Jodstickstoffs sehr übertrieben hat. Denn wiewohl derselbe im trocknen Zustande allerdings bei blosser Berührung detonirt, lässt er sich im feuchten Zustande bei gewöhnlicher Temperatur in einem Mörser mit Glasstempel völlig gefahrlos zerreiben. Obgleich der Verf. mehrere Kilogramm davon unter Händen hatte, ereignete sich nie der geringste Unfall,

wenn er ihn in dieser Weise behandelte. — In einer Temperatur von 50 bis 60° beginnt der in Wasser vertheilte Jodstickstoff sich rasch zu zersetzen, bei 70° ist die Zersetzung tumultuös, bei 80° so rasch, dass die Substanz Gefahr läuft aus dem Gefässe zu steigen und bei 100° (wenn feuchter, unveränderter Jodstickstoff in kochendes Wasser eingetragen wird) findet heftige Detonation statt. Der Verf. erhitzte den in ungefähr der zehnfachen Gewichtsmenge Wasser vertheilten Jodstickstoff mit Hülfe eines Wasserbades allmählich bis zu 60 bis 65° und hielt letztere Temperatur so lange constant bis das Aufbrausen vollständig vorüber war, worauf er das Wasser zum Sieden brachte. Letzteres ist nothwendig, weil sonst stets kleine Mengen Jodstickstoffs der Zersetzung entgehen und später die Veranlassung von Unfällen sein können. Es bildet sich hierbei ausser krystallinischem Jöd eine Lösung von Jod in Jodammonium und ein weisses, explosives, in kaltem Wasser sehr wenig, in kochendem aber sehr leicht lösliches Salz, welches der Verf. für jodsaures Ammoniak hält. Aus dem gewaschenen, in Wasser vertheilten Niederschlage destillirte der Verf. das Jod mit Wasserdämpfen über, und trocknete und reinigte es, wie oben angegeben. — Das so erhaltene Jod weicht in seinen Eigenschaften von dem Jod des Handels beträchtlich ab. Seine Farbe ist, auch nach dem Schmelzen, absolut schwarz, bei gewöhnlicher Temperatur gibt es an der Luft keine sichtbaren Dämpfe von sich, es schmilzt zwischen 113 und 115°, siedet erst in einer über 200° liegenden Temperatur, sein gesättigter Dampf ist intensiv blau und sein ungesättigter violett oder roth mit einem sehr geringen violetten Stich.

Leichte Darstellung von Chlorwasser. H. Hager*) wendet zu diesem Zwecke den in nebenstehender Figur abgebildeten Apparat an, welcher bei richtiger Behandlung, ohne dass der Experimentator irgend welche Belästigung durch das Gas erfährt, in Thätigkeit gehalten werden kann. — Von dem kleinen, mit 2,5 Grm. chloresauern Kali und 25 Grm. 25procentiger Salzsäure beschickten Kolben b, geht ein Rohr c bis auf den Boden, der starkwandigen Flasche a,

Fig. 15.

Fig. 16.



*) Pharm. Centralhalle 8. Jahrg. pag. 213.