

5. Diese Reaktion kann auch noch für die Erkennung des Nickels selbst in Gegenwart grösserer Mengen von Co, Cu, Fe, Cr angewendet werden, was bei der Tschugajewschen Reaktion nicht möglich ist.

6. Diese Reaktion ermöglicht auch, Spuren von Thiosulfat in Natriumsulfid nachzuweisen.

7. Ihre Empfindlichkeit ist 1:25000.

Eine neue spezifische Reaktion auf Jodide.

Von

C. I. Kruisheer.

[Eingegangen am 18. Mai 1932.]

Setzt man zu etwa 2 *ccm* der wässrigen Lösung eines Jodids eine gleich große Menge 25%iger Salzsäure und etwa 2 *ccm* konzentrierter Natriumsulfit- oder Natriumbisulfitlösung, oder leitet man Schwefeldioxyd ein, so tritt eine gelbe Farbe auf¹⁾. Schüttelt man die Flüssigkeit mit 1 *ccm* Amylalkohol²⁾, so geht die gelbe Farbe zum grössten Teil in die amyalkoholische Schicht über.

Anwesenheit von 0,5 *mg* J-Ion ist in dieser Weise noch erkennbar; die Reaktion ist also nur für makroanalytische Zwecke geeignet.

Offenbar wird hier eine Verbindung zwischen HJ und SO₂ gebildet; in der Literatur finden sich jedoch über eine derartige Reaktion keine Angaben; ein näheres Studium über die Zusammensetzung der betreffenden Verbindung wäre wohl erwünscht⁶⁾.

Die Reaktion ist sehr spezifisch. Chloride und Bromide geben unter den gleichen Bedingungen gar keine Färbung, so dass sich diese Reaktion zum Nachweis von Jodiden in Gegenwart von anderen Halogeniden verwenden lässt. Auch Cyanide, Sulfate, Sulfite, Sulfide, Nitrate, Nitrite, Phosphate, Carbonate, Borate, Thiosulfate, Chlorate, Hypochlorite, Chromate, Ferro- und Ferricyanide, Acetate, Oxalate und Tartrate stören die Reaktion nicht.

In einigen Fällen ist wohl die wässrige Lösung gefärbt, z. B. bei Chromaten, Ferro- und Ferricyaniden, jedoch bleibt hier die amyalko-

¹⁾ Die Tatsache an sich ist bekannt. Vergl. z. B. Chemiker-Fach-ausschuss der Gesellschaft Deutscher Metallhütten- und Bergleute, Ausgewählte Methoden für Schiedsanalysen und kontradiktorisches Arbeiten bei der Untersuchung von Erzen-, Metallen- und Hüttenprodukten, 2. Aufl., S. 204 (1931). Die Schriftleitung.

²⁾ Auch in Äther, obwohl in sehr geringem Maße, tritt der Farbstoff über, jedoch nicht in Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Schwefelkohlenstoff, Petroläther, Benzol oder Phenolum liquefactum.

³⁾ Siehe hierzu die Angaben von F. Foerster und seinen Mitarbeitern, Ztschrift f. anorg. Chem. 128, 266 (1923). Die Schriftleitung.

holische Schicht farblos. Die Färbung der Amylalkoholschicht bei Anwesenheit von Jodiden ist also für diese charakteristisch. Jodate und Bromate geben beim Sulfitzusatz zunächst Ausscheidung von Jod, bzw. Brom, welche bald wieder verschwinden; bei weiterem Zusatz von Sulfit erhält man schliesslich im Falle des Jodats eine gelb gefärbte, im Falle des Bromats eine vollkommen farblose Lösung. Hypojodite und Hypobromite sowie die freien Halogene verhalten sich entsprechend.

Jodate, Hypojodite und freies Jod sind also die einzigen Stoffe, die fast dieselbe Reaktion geben wie Jodide; jedoch ist hier aus der Anwesenheit von freiem Jod nach dem Ansäuern (Reaktion mit Stärkelösung) ersichtlich, dass in diesen Fällen höhere Oxydationsstufen als in den Jodiden vorliegen.

Der Reaktionsverlauf bei Anwesenheit gefärbter organischer Stoffe verdient noch besondere Beachtung. Färben sie nur die wässrige Schicht, jedoch nicht den Amylalkohol, so können sie die Anwesenheit von Jodiden nicht vortäuschen.

Bei anderen gefärbten organischen Stoffen jedoch tritt die Eigenfarbe auch in die amyalkoholische Schicht über; in diesem Fall muss die angesäuerte wässrige Lösung vor dem Sulfitzusatz so oft mit Amylalkohol ausgeschüttelt werden, bis der Farbstoff beseitigt ist. Erst dann setzt man Sulfit zu, und schüttelt von neuem mit Amylalkohol. Eine jetzt auftretende Gelbfärbung beweist die Anwesenheit von Jodiden.

So untersuchte ich eine Mischung gleicher Teile 0,1 n-Kaliumjodidlösung und 1%iger Pikrinsäure. Nach fünfmaligem Ausschütteln der angesäuerten Lösung war alle Pikrinsäure beseitigt; die ungefärbte amyalkoholische Schicht nahm jedoch eine gelbe Farbe an, nachdem Sulfit zugesetzt und abermals geschüttelt wurde.

Besonders deutlich wird in letzterem Fall das Resultat, wenn man nach dem Entfernen des organischen Farbstoffes die Lösung in zwei Teile teilt, die eine Hälfte ohne, die andere mit Sulfitzusatz ausschüttelt und die Farben beider Amylalkoholschichten vergleicht.

Zusammenfassung.

Versetzt man eine wässrige Jodidlösung mit überschüssiger Salzsäure und Natriumsulfitlösung, so tritt infolge Bildung einer bisher unbekanntem Verbindung, Gelbfärbung auf. Die Farbe lässt sich mit Amylalkohol ausschütteln. Chloride, Bromide usw. geben die Reaktion nicht. Gefärbte organische Stoffe, welche in die amyalkoholische Schicht übergehen würden, werden zuvor durch Ausschütteln beseitigt.

Enschede (Holland), Laboratorium des Nahrungsmitteluntersuchungsamtes, Mai 1932.
