

In Zusammenfassung gestaltet sich die Bestimmung von Bromat- und Jodation nebeneinander wie folgt:

1. BrO_3' und JO_3' : Ein geeignetes Volum der Lösung wird in bekannter Weise mit Jodkalium und verdünnter Schwefelsäure versetzt und nach einigen Minuten Stehens mit $\frac{n}{10}$ -Thiosulfatlösung titriert.

2. JO_3' : Ein geeignetes Volum der Lösung wird in geräumigem Erlenmeyerkolben mit Wasser auf 50 *ccm* ergänzt und mit 20 *ccm* officineller verdünnter Salzsäure ($12,5 \frac{o}{o}$) 1 Stunde lang stehen gelassen. Hierauf gibt man unter Umschwenken ein Gemisch von 25 *ccm* Wasserstoffsuperoxydlösung ($3 \frac{o}{o}$) und 15 *ccm* Natronlauge ($15 \frac{o}{o}$) hinzu, lässt einige Minuten stehen und erhitzt dann 10 Minuten lang zum leichten Sieden. Nach dem Erkalten wird mit verdünnter Schwefelsäure (25 bis 30 *ccm*) angesäuert, etwas Jodkalium zugegeben und mit $\frac{n}{10}$ -Thiosulfat titriert.

Die Differenz der Titrationswerte 1—2 entfällt auf Bromat.

$$\begin{aligned} 1 \text{ ccm } \frac{n}{10}\text{-Thiosulfatlösung} &= 2,134 \text{ mg BrO}_3'; \\ 1 \text{ ,, } \frac{n}{10}\text{-} &= 2,917 \text{ mg JO}_3'. \end{aligned}$$

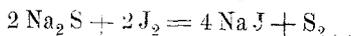
Die Einwirkung von Schwefelnatrium auf freies, festes Jod und Jod in wässriger Lösung und Anwendung dieser Reaktion in der Analyse.

Von

Josef Ehrlich.

Reines Schwefelnatrium wirkt auf festes Jod und Jod in wässriger Lösung schon in der Kälte ein. Es tritt hierbei fast augenblicklich lebhaft Schwefelausscheidung ein, während sich das gesamte Jod in kürzester Zeit restlos auflöst.

Der Prozess, der vermutlich in folgender Weise vor sich geht:



vollzieht sich glatt und quantitativ. Der sich ausscheidende Schwefel löst sich allerdings zum Teil oder auch vollkommen im Natriumsulfid wieder auf, zumal wenn man ganz reines Schwefelnatrium im Überschuss verwendet hat.

Von dieser Tatsache lässt sich nun sehr gut in der Analyse Gebrauch machen, wenn es sich darum handelt, die Menge freien Jods in Gemischen zu bestimmen. Ich will kurz ein praktisches Beispiel anführen.

Bei der Rückgewinnung von reinem Jod aus den verschiedenartigsten Rückständen ist es oft wünschenswert, den Jodgehalt derselben vorher zu bestimmen. Man kann dabei folgendermaßen verfahren: Man setzt erst das Jod mit Kaliumpermanganat auf die bekannte Weise in Freiheit. Zur gravimetrischen Bestimmung kann nun das Jod in eine bestimmbare Form entweder mit Natronlauge und Wasserstoffperoxyd oder einfacher mit Natriumsulfid übergeführt werden. (Erstere Methode ist bei uns augenblicklich nicht durchführbar, da Wasserstoffperoxyd im Handel fast kaum mehr erhältlich ist; ausserdem kostete vor einem halben Jahr das damals noch erhältliche Wasserstoffsperoxyd das Gramm K 1.—.)

Man übergiesst also das mit Kaliumpermanganat ausgeschiedene und noch sehr stark verunreinigte Jod einfach mit Schwefelnatrium. Dasselbe lässt man nun so lange einwirken, bis keine Schwefelausscheidung mehr erfolgt. Hierauf wird abfiltriert; das Jod ist als Natriumjodid in Lösung, während das Mangansulfid und die etwa noch übrigen Substanzen auf dem Filter verbleiben. Aus dem Filtrat kann man auf beliebige Weise, nur nicht mit einer Säure (da sonst wieder freies Jod ausfällt) das überschüssige Schwefelnatrium entfernen. Man setzt zu dem Filtrat am besten Zinksulfat und filtriert dann das Zinksulfid ab. Aus dem so zuletzt gewonnenen Filtrat, das schwach ausgesäuert wird, kann man nun ohne weiteres das Jod mit Silbernitrat ausfällen.

Ich will zum Schlusse noch einige Versuchsergebnisse hinzufügen:

Einwage, reines Jod:	Auswage, Ag. J:	Entsprechend J:
1. 0,3478 g	0,6431 g	0,3476 g
2. 0,5340 „	0,9879 „	0,5340 „
3. 0,1287 „	0,2381 „	0,1284 „
4. 0,3866 „	0,7150 „	0,3865 „

Einwage, Jodrückstände:	Auswage, Ag. J:	Jodgehalt in %:
1. 0,5211 g	0,3630 g	37,66
2. 0,4718 „	0,3274 „	37,52
3. 0,6189 „	0,4308 „	37,63
4. 0,7004 „	0,4879 „	37,66

Wien,