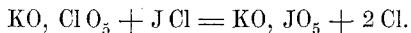


Brom mit dem Bleihyperoxyd auch etwas schwefelsaures Kali zuzusetzen, so dass man schliesslich im Filtrate alles Chlor an Kalium gebunden hat.

Um das ausgeschiedene Jod und Brom schneller zu verjagen, kann man einen mässigen Luftstrom durch die auf dem Wasserbade befindliche Lösung leiten.

Der Verfasser beabsichtigt seine Methode noch weiter auszubilden um auch das abgeschiedene Jod und Brom in ein und derselben Menge Substanz neben dem Chlor direct zu bestimmen und will dann auch detaillirte Angaben und Beleganalysen veröffentlichen.

Ein neues Verfahren zur Auffindung des Jods im Brom und in Brommetallen hat A. Jorissen*) angegeben. Wie L. Henry gezeigt hat,**) wirkt Chlorjod in der Wärme zersetzend auf chlorsaures Kali ein und zwar im Sinne der Gleichung



Alles Jod wird so in jodsaures Kali übergeführt.

Wie der Verfasser gefunden hat, verhält sich das Bromjod analog. Wenn man Brom, welches Jod — wenn auch nur in äusserst geringer Menge — enthält, mit einer kalt gesättigten Lösung von chlorsaurem Kali kocht, so lässt sich in der so erhaltenen Flüssigkeit das Vorhandensein von Jodsäure nachweisen. Am meisten eignet sich hierzu die Reduction der Jodsäure unter Abscheidung von Jod durch Morphin, eine Reaction, welche bekanntlich sehr empfindlich ist. Der Verfasser konnte mit Hilfe derselben noch 2 Decimilligramme jodsaures Kali, gelöst in 20 cc Wasser, an der schwachen Violettfärbung erkennen, welche Chloroform beim Schütteln erteilt wurde. Zum Nachweis des Jods in käuflichem Brom rath Jorissen folgendermaassen zu verfahren.

Man bringt einige Tropfen des zu untersuchenden Broms in eine kleine Porzellanschale, fügt 30 cc einer kalt gesättigten Lösung von chlorsaurem Kali zu und kocht bis die Flüssigkeit farblos geworden ist. Dann giesst man die Lösung in ein Reagensrohr, lässt abkühlen, fügt einige Tropfen einer schwefelsauren Morphinlösung***) und etwas Chloroform zu und schüttelt. Nimmt letzteres eine violette Färbung an, so war Jod vorhanden.

*) Journ. de pharm. d'Anvers 1879; vom Verfasser eingesandt.

) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. z. Berlin **3, 892.

***) Man bereitet dieselbe durch Auflösen von 0,5 g Morphin in überschüssiger verdünnter Schwefelsäure und Verdünnen auf 50 cc.

Zur Prüfung des Bromkaliums auf Jod genügt es die Lösung desselben mit zwei oder drei Tropfen reinen Bromwassers und einigen Cubikcentimetern einer kalt gesättigten Lösung von chlorsaurem Kali zu versetzen und zu verfahren wie eben beschrieben. Dem Verfasser gelang es auf diese Weise das Jod in einer Mischung von 0,00016 g Jodkalium und 5 g reinem Bromkalium nachzuweisen.

Zur Auffindung von Nitraten neben Nitriten empfiehlt A. Piccini*) die Nitrite mit Harnstoff zu zerstören und dann die Nitrate auf gewöhnliche Weise nachzuweisen.

Setzt man zu einer concentrirten wässerigen Lösung von 3 g Harnstoff 0,5 g reines salpetrigsaures Silberoxyd**) und dann mittelst einer bis auf den Boden des Gefäßes reichenden Röhre verdünnte Schwefelsäure, so beobachtet man eine reichliche Entwicklung von Stickstoff und Kohlensäure. Nach wenigen Minuten ist die Reaction beendet und alle salpetrige Säure zersetzt, so dass auf Zusatz von Jodkalium und Stärkekleister keine Blaufärbung mehr entsteht; selbstverständlich muss so viel Jodkalium zugefügt werden, dass nach Ausfällung des Silbers als Jodsilber noch ein Ueberschuss verbleibt. Filtrirt man, so bleibt das klare Filtrat auch auf Zusatz eines Stückchens Zink ganz farblos.

Fügt man aber zu dem Nitrit eine Spur eines Nitrates und wiederholt den eben beschriebenen Versuch, so beobachtet man eine intensiv blaue Färbung, wenn man in dem sauren Filtrate durch Zufügen von Zink eine Wasserstoffentwicklung veranlasst.

Der Versuch gelingt auch mit kleineren Mengen von Harnstoff, aber die Anwendung eines erheblichen Ueberschusses ist wünschenswerth um den Zweck sicher zu erreichen.

Man löst die auf Nitrate zu untersuchende Substanz nebst einer genügenden Menge Harnstoff in Wasser auf und fügt diese Lösung nach und nach zu einer Auflösung von Harnstoff in verdünnter Schwefelsäure, wartet bis die Zersetzung beendet ist und fügt dann Jodkaliumstärkekleister zu, wobei die Flüssigkeit farblos bleiben muss. Tritt aber, nachdem man ein Stückchen Zink zugefügt hat, Blaufärbung ein, so lässt dies die Anwesenheit von Salpetersäure erkennen.

Ueber das Verhalten des Stickoxydes gegen pyrogallussaures Kali. Bei der Prüfung des bei Elementaranalysen erhaltenen Stickstoffes

*) Gazz. chim. ital. 9, 395; vom Verfasser eingesandt.

**) Das vom Verfasser angewandte hinterliess beim Glühen 70,05 Proc. metallisches Silber, während die Theorie 70,12 Proc. verlangt.