

verbindungen. — Ist in einer Auflösung ein chlorsaures Salz, und zugleich eine Chlorverbindung, und soll die Menge beider für sich bestimmt werden, so kann dies ohne Schwierigkeiten geschehen, wenn keine chlorichtsaure Verbindung noch zugleich darin enthalten ist. Man setzt zu der Auflösung, wenn sie keine freie Base enthält, salpetersaure Silberoxydauflösung, wodurch nur das Chlor der Chlorverbindung als Chlorsilber gefällt wird; man kann daher aus dem Gewichte desselben leicht den Gehalt an Chlor in der Chlorverbindung berechnen. Wenn man nun einen andern Theil der Auflösung bis zur Trockniss abdampft, darauf glüht, und wiederum in Wasser oder in sehr verdünnter Salpetersäure auflöst, und die Auflösung mit salpetersaurer Silberoxydauflösung versetzt, so wird sowohl das Chlor der Chlorverbindung, als auch das der chlorsauren Verbindung als Chlorsilber gefällt. Man braucht nun blofs im Chlorsilber den Gehalt an Chlor zu bestimmen, und die schon bekannte Menge des Chlors in der Chlorverbindung davon abzuziehen. Man findet auf diese Weise den Gehalt an Chlor in der chlorsauren Verbindung, woraus sich leicht die Menge der Chlorsäure berechnen läßt.

L. Brom.

Bestimmung des Broms. — Die quantitative Bestimmung des Broms in seinen Verbindungen mit Metallen könnte in den meisten Fällen wohl am besten auf die Weise geschehen, daß man eine gewogene Menge der Bromverbindung in der Wärme durch Schwefelsäure zersetzt, und dann aus der Menge des erhaltenen schwefelsauren Oxydes die Menge des Metalles, und aus dem Verlust die des Broms berechnet. Da bei der Zersetzung der Brommetalle durch Schwefelsäure Bromwasserstoffgas, schweflichte Säure und Brom entwickelt werden, so muß man die Zersetzung nicht in einem Platintiegel, sondern

in einer Porcellanschale, oder in einem Porcellantiegel bewirken. Einige Brommetalle werden indessen durch die Schwefelsäure nicht zersetzt, wie z. B. das Quecksilberbromid.

Es läßt sich noch auf andere Weise die Quantität des Metalles in Brommetallen bestimmen. Wenn die Verbindung in Wasser oder in verdünnten Säuren auflöslich ist, und sich die Basen aus der sauren Auflösung durch Schwefelwasserstoffgas, oder aus der neutralen Auflösung durch Schwefelwasserstoff-Ammoniak niederschlagen lassen, so kann man auch durch diese Fällungsmittel die Metalle vom Brom trennen, und darauf quantitativ bestimmen. Löst sich hingegen die Verbindung in Wasser oder in Säuren nicht auf, so kann man oft die Menge der Base auf folgende Weise bestimmen: Man glüht einen gewogenen Theil der Verbindung mit kohlen-saurem Kali oder Natron, und behandelt die geglübte Masse mit Wasser. Es löst sich dann Bromkalium oder Bromnatrium, und das überschüssig angewandte kohlen-saure Alkali auf, während die Metalle als Oxyde ungelöst zurückbleiben, wenn diese in einer Auflösung von kohlen-saurem Alkali unlöslich sind.

Nach diesen Methoden findet man indessen die Menge des Broms nur durch den Verlust. Man kann aber auch die Menge des Broms in den Verbindungen, die in Wasser auflöslich sind, unmittelbar bestimmen, da das Brom nicht allein mit dem Silber, sondern auch mit mehreren anderen Metallen unlösliche Verbindungen bildet. Die Auflösung von salpetersaurem Silberoxyd paßt am besten zur quantitativen Bestimmung des Broms in auflöslichen Brommetallen. Das erhaltene Bromsilber wird eben so behandelt, wie das Chlorsilber, welches aus aufgelösten Chlormetallen durch eine Auflösung von salpetersaurem Silberoxyd gefällt worden ist (S. 147.). Auch bei der Fällung des Bromsilbers sind dieselben Vorsichtsmaafsregeln, wie bei der Fällung des Chlorsilbers, zu beobachten.

Die Bestimmung des Broms in flüchtigen flüssigen und festen Bromverbindungen kann mit denselben Vorichtsmaafsregeln, wie die Bestimmung des Chlors in flüchtigen Chlorverbindungen, geschehen (S. 485.).

Trennung des Broms vom Chlor. — In der Natur kommen die Bromverbindungen immer gemeinschaftlich mit Chlorverbindungen vor; man kennt indessen bis jetzt noch keine gute Methode, um Brom vom Chlor in ihren Verbindungen quantitativ von einander zu trennen.

Nach Sérullas können, wenn Brom mit Chlor verbunden ist, beide auf eine, freilich nicht genaue und nicht sehr zu empfehlende Weise, mittelst Aether, getrennt werden. Die Verbindung von Chlor und Brom wird mit Chlor übersättigt, so dafs ein Ueberschufs davon vorhanden ist, worauf man die Flüssigkeit mit einem gleichen Volum Aether schüttelt, welcher eine Verbindung von Brom mit Chlor auflöst, und wobei ein Theil des Chlors in Chlorwasserstoffsäure verwandelt wird, der in der Flüssigkeit bleibt. Letztere wird abgezapft und der Aether nach und nach mit kleinen Mengen von Wasser geschüttelt. So lange er noch Chlor enthält, wird nur Chlorwasserstoffsäure, ohne eine Spur von Bromwasserstoffsäure, gebildet. Man findet sogleich, dafs letztere sich zu bilden anfängt, wenn man etwas Chlorwasser hinzusetzt, welches die Bromwasserstoffsäure zersetzt und dem Wasser eine dunkelgelbe Farbe giebt. Man mufs indessen den Aether nicht zu lange mit dem Brom in Berührung lassen, weil dieser sonst Brom als Bromwasserstoffsäure auszieht, obgleich Chlorbrom vom Wasser nicht zersetzt wird.

Hat man Mischungen von Chlor- und Bromverbindungen, wie z. B. bei den Rückständen von eingedampfter Salzsoole, oder von einem Mineralwasser, so bringt man diese, nachdem man sie mit einer gleichen Menge von gepulvertem Mangansuperoxyd gemengt hat, in ein tubulirtes Retörtchen, welches man mit einer etwas Was-

ser enthaltenden Vorlage versieht. In die Retorte wird Schwefelsäure im Ueberschuß gebracht, nachdem diese mit etwa einem Fünftel Wasser vermischt worden ist. Man erhitzt darauf die Retorte. Das Chlorbrom, in welchem mehr oder weniger einer seiner Bestandtheile vorherrscht, verfliegt, verdichtet sich in der recht kalt gehaltenen Vorlage, und wird in dem in der Vorlage befindlichen Wasser aufgelöst. Das Verschwinden der röthlichen Dämpfe zeigt, daß die Operation beendigt ist. Man schüttet darauf Aether hinzu, dem Volum nach fast eben so viel, als Wasser zur Lösung des Chlorbroms angewandt worden ist; man schüttelt das Ganze und scheidet das Wasser ab, welches die durch den Aether gebildete Chlorwasserstoffsäure enthält. Man wiederholt das Waschen jedesmal nur mit wenig Wasser.

Das Brom bleibt im Aether. Man könnte es, um es seiner Menge nach zu bestimmen, mit einem Ueberschuß einer Auflösung von Kalihydrat behandeln, die Auflösung bis zur Trockniß abdampfen, und die trockne Masse glühen, um das in derselben enthaltene bromsaure Kali in Bromkalium zu verwandeln. Man müßte dann dasselbe in Wasser auflösen, die verdünnte Auflösung mit verdünnter Salpetersäure übersättigen, und das Brom als Bromsilber vermittelst einer Auflösung von salpetersaurem Silberoxyd fällen.

Obwohl alles Chlor des Chlorbroms bei dieser Operation in Chlorwasserstoffsäure verwandelt wird, so erhält man doch nicht genau die Menge des in der untersuchten Verbindung enthaltenen Chlors, wenn man dasselbe aus dem Chlorsilber berechnet, welches man aus dem Waschwasser, vermittelst einer Auflösung von salpetersaurem Silberoxyd, gefällt hat. Nach Sérullas erhält man auf diese Weise ein Viertel weniger Chlorsilber, als man eigentlich erhalten sollte. Dies muß dem Verlust zugeschrieben werden, welcher bei einem so flüchtigen Körper, wie das Chlorbrom, unvermeidlich ist. Auch

bleibt eine geringe Menge von Chlorwasserstoffsäure im Aether zurück. Man muß daher, um ein Resultat zu erhalten, das sich der Wahrheit mehr nähert, zu dem Chlorsilber willkürlich noch ein Drittel oder ein Viertel hinzurechnen.

Enthält die zu untersuchende Mischung von Chlorverbindungen und Bromverbindungen sehr viel von ersteren, so daß man bei fernerer Behandlung ein Chlorbrom mit überschüssigem Chlor erhält, so kann die durch Waschen erhaltene Chlorwasserstoffsäure freies Chlor enthalten. Man thut daher immer gut, diese mit Kalihydrat auflösung zu übersättigen, die Auflösung bis zur Trocknis abzdampfen, und die trockne Masse zu glühen, um das chlorsaure Kali, wenn es sich gebildet haben könnte, in Chlorkalium zu verwandeln. Die trockne Masse wird darauf aufgelöst, die Auflösung mit Salpetersäure übersättigt, und aus derselben durch eine Auflösung von salpetersaurem Silberoxyd das Chlor als Chlorsilber gefällt.

f. 1786.

LI. Jod.

Bestimmung des Jods. — Die quantitative Bestimmung des Jods in Jodmetallen kann in den meisten Fällen durch Schwefelsäure auf dieselbe Weise geschehen, wie die des Broms in Brommetallen. Da bei der Zersetzung der Jodmetalle durch Schwefelsäure schweflichte Säure und Jod entwickelt wird, so darf man auch hierbei keine Platingefäße anwenden. Aus der Menge des erhaltenen schwefelsauren Oxyds berechnet man die Menge des Metalles; die Menge des Jods findet man auf diese Weise durch den Verlust. Einige Jodmetalle, wie z. B. das Quecksilberjodid, werden durch die Schwefelsäure nicht zersetzt.

Sind die Jodmetalle in Wasser oder in Säuren löslich, so kann man das Jod leicht von den Metallen trennen, die sich aus der sauren Auflösung durch Schwefelwasserstoffgas, oder aus der neutralen Auflösung durch