

zusammen, allein die überstehende Flüssigkeit ist noch bräunlich gefärbt und lässt eine schwache Trübung kaum noch erkennen. Erwägt man, dass alle das Blei begleitende Metalle, wie Kupfer, Eisen, Zink, ebenfalls von Schwefelnatrium gefällt werden, so hat man nur geringen Nutzen von der Methode zu erwarten.

Zwölftes Capitel.

J o d k a l i u m.

Namen.	Formel.	Atomgewicht.	Abzuwägende Menge für 1 CC. Sublimatlös.=1Pc. Substanz.	1 CC. Sublimatlösung ist gleich
128) 2 At. Jod	2 J	253,76	2,537 Grm.	0,025376Grm.
129) 2 At. Jodkalium	2 Ka J	331,98	3,320 "	0,033198 "

1 At. Jodkalium (165,99) und 1 At. Quecksilberchlorid (135,51) setzen sich, wenn die Lösungen zusammenkommen, in Chlorkalium und rothes Quecksilberjodid um. So lange noch freies Jodkalium vorhanden ist, löst dieses das gefällte Quecksilberjodid zu einer farblosen, leicht löslichen Verbindung, Kalium-Quecksilberjodid ($Ka J + Hg J$), auf. Jeder Ueberschuss von Quecksilberchlorid erzeugt einen anfänglich gelben, nachher lebhaft rothen, krystallinischen Niederschlag von Quecksilberjodid. Ist das Jodkalium nicht völlig rein, so tritt diese Fällung früher ein, als bei einem reinen Salze, und es ist die zugesetzte Menge Quecksilberchlorid, welche nothwendig war, die erste Spur von bleibender Fällung zu erzeugen, das Maass des vorhandenen Jodkaliums.

Die Maassflüssigkeit ist Zehentnormal und enthält $\frac{1}{10}$ At. Quecksilberchlorid oder Sublimat. Man hat demnach 13,551 Grm. Quecksilberchlorid, welcher Körper sehr leicht in der grössten Reinheit zu haben ist, zu 1 Litre zu lösen. Man wägt das Quecksilberchlorid im gepulverten Zustande ab, löst es durch Kochen in einer kleineren Kochflasche auf und bringt die klare Lösung jedesmal in die Litreflasche, bis alles Salz vollkommen klar gelöst ist. Bei dieser Analyse wird, genau wie bei der Liebig'schen Cyanbestimmung, nur die Hälfte des Jodkaliums zersetzt, man hat also die doppelte Menge in Anrechnung zu bringen. 1 At. Quecksilberchlorid bis zur bleibenden Fällung durch Jodkalium zersetzt, zeigt 2 At. Jodkalium an, und da unsere Lösung

Zehentnormal ist, so entspricht jeder CC. $\frac{2}{10000}$ At. Jod oder Jodkalium, wie dies in der Rubrik dieses Capitels angenommen ist. Wägt man die in der vierten Colonne angegebene Menge Substanz ab, so geben die CC. der Sublimatlösung ohne Weiteres den Procentgehalt der in der ersten Colonne genannten Körper an. Man löst die Substanz in nicht zu vielem Wasser, bringt die Sublimatlösung in die Quetschhahnbürette und lässt unter beständigem Umrütteln die Sublimatlösung einfließen, bis der Niederschlag nicht mehr verschwindet. Man stellt das Glas auf Porzellan oder weisses Papier, um den Farbenwechsel deutlicher zu sehen. Diese Methode hat den Vorzug vor der Silbermethode, dass nur die Jodmetalle von derselben angezeigt werden, welche meistens den werthvolleren Bestandtheil technischer und pharmaceutischer Präparate ausmachen. Von Silberlösung wird auch Chlor gefällt. Otto fand, dass ein Jodkalium, worin nach dieser Methode 97 Proc. reines Jodkalium gefunden waren, als es mit gleichviel Chlorkalium gemengt wurde, 48,6 Proc. zeigte, also sehr nahe übereinstimmenden Gehalt. Ein reines Jodkalium zeigte reichlich 99 Proc. Die Methode steht der Liebig'schen Bestimmung des Cyans dadurch etwas nach, dass das Cyansilber als ein amorpher feinpulveriger Körper weit löslicher im Cyankalium ist, als das krystallinische Quecksilberjodid im Jodkalium. Die anfänglich gebliebene Trübung klärt sich häufig nach längerem Stehen wieder auf.

Erwärmt darf die Lösung nicht werden, da das Jodquecksilber in der Wärme in Chlorkalium und den meisten Ammoniaksalzen, selbst in reinem Wasser etwas löslich ist.

Bei einer Wiederholung und Prüfung der Methode fanden sich die Beobachtungen von Otto vollkommen bestätigt. Der sich anfangs bildende Niederschlag ist weiss, wahrscheinlich Quecksilberjodid mit Sublimat umhüllt, er wird dann gelb und verschwindet beim Umrütteln sehr rasch. Die Flüssigkeit erhält aber zu früh einen rothen Schimmer, welcher gegen einen weissen Hintergrund, aber nicht im durchscheinenden Tageslicht zu sehen ist.

Bei Anwendung von 0,5 Grm. Jodkalium wurde die erste bleibende rothe Fällung bei 14,3 CC. Zehentsublimatlösung bemerkt. Dies giebt 0,4747 Grm. Jodkalium statt 0,500 Grm., also keine 95 Proc. des angewendeten Jodkaliums. Da man beim Eintropfeln der Sublimatlösung immer eine lichte Färbung des Niederschlages bemerkt, so lange noch neues Quecksilberjodid gebildet wird, so versuchte ich, ob man nicht die vollständige Fällung statt der halben ausführen könnte. Bei zwei Versuchen mit 0,5 Grm. Jodkalium wurde bei 28 CC. Zehentsublimatlösung keine weitere Trübung mehr wahrgenommen. Es hätte dies aber eigentlich erst bei 30,2 CC. stattfinden dürfen. Es ist demnach das Resultat nicht genauer, als jenes mit der halben Fällung.