

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1890. Heft 13.

Kaliumjodat als Urmaass für die Jodometrie, Alkalimetrie, Acidimetrie.

Von

Max Gröger.

Das Kaliumjodat ist leicht völlig rein darzustellen und auf seine Reinheit zu prüfen, krystallisirt wasserfrei und ist luftbeständig, entspricht somit allen Anforderungen, die man an einen Stoff, der als Urmaass für die Gehaltsbestimmung der Maassflüssigkeiten dienen soll, zu stellen hat.

Zur Darstellung des Salzes trägt man sublimirtes Jod in mässig starke, möglichst kohlenstofffreie, erhitzte Kalilauge so lange ein, als es sich noch farblos auflöst, dampft die Lösung zur Trockene ein, zieht den Trockenrückstand mit Weingeist aus und krystallisirt das Ungelöste wiederholt aus kochendem Wasser um, so lange bis die Lösung auf empfindliches Lackmuspapier nicht mehr einwirkt und sich auf Zusatz von verdünnter Schwefelsäure und etwas Stärkelösung auch bei längerem Stehen nicht mehr bläut. Hierauf wird das Salz getrocknet und für die spätere Verwendung aufbewahrt.

Der alkoholische Auszug kann zur Darstellung von Jodkalium benützt werden. Man verdampft ihn, löst den Rückstand in Wasser, setzt etwas Jod bis zur starken Gelbfärbung zu, leitet Schwefelwasserstoff zur Zerstörung des Kaliumjodates durch, filtrirt, verdampft bis zur Krystallisation und reinigt das Jodkalium durch wiederholtes Umkrystallisiren.

Die Lösung muss auf Lackmus vollständig neutral reagiren und darf auf Zusatz von verdünnter Schwefelsäure und etwas Stärkelösung sich gleichfalls nicht mehr bläuen.

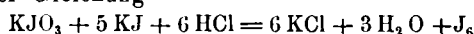
für den Normalfactor von Thiosulfatlösung

0,1005	durch Titration einer gewogenen Menge Jodes
0,1004	- - - - -
0,1005	- - - - -
0,1006	- - - - -
	Kaliumjodat

für den Normalfactor von Schwefelsäure

0,1046	durch Titration des ausgeschiedenen Jodes mit Thiosulfat
0,1045	- - - - -
0,1047	- - - - -
0,1044	- - - - -
0,1048	- - - - -
0,1049	- - - - -
	einer gewogenen Menge Natriumcarbonat
	Fällung als Bariumsulfat

Zur Gehaltsbestimmung der in der Jodometrie verwendeten $\frac{1}{10}$ N.-Thiosulfatlösung werden in einem Wägefläschchen ungefähr 0,15 g Kaliumjodat bei 100° getrocknet, nach dem Erkalten im Exsiccator genau abgewogen, in wenig Wasser gelöst, etwa mit der sechsfachen Menge reinen Kaliumjodides und überschüssiger reiner Salzsäure versetzt und aus einer Bürette die Thiosulfatlösung bis zur Entfärbung zufließen gelassen. Nach der Gleichung



entsprechen 126,54 g Jod (1 At.) 35,575 g Kaliumjodat ($\frac{1}{6}$ Mol.). Hat man also für p g Kaliumjodat v cc Thiosulfatlösung gebraucht, so zeigt je 1 cc derselben $\frac{126,54 p}{35,575 v}$ g Jod an und ihr Normalfactor ist $\frac{1000 p}{35,575 v} = a$.

Zur Gehaltsbestimmung von Zehntelnormalsäure setzt man eine gemessene Menge (gegen 50 cc) derselben zu einer Lösung von ungefähr 2 g Kaliumjodat und 12 g Kaliumjodid in Wasser und bestimmt das ausgeschiedene Jod mit Thiosulfatlösung, deren Normalfactor a auf die eben beschriebene Art vorher ermittelt worden ist. Braucht man w cc Thiosulfatlösung für s cc Säure, so ist $(w \cdot a) : s = b$ deren Normalfactor.

In gleicher Weise verfährt man bei der Gehaltsermittlung von Normalsäure, nur nimmt man eine zehnmal so grosse Menge Kaliumjodat und -jodid und verwendet eine zehnmal so starke Lösung von Natriumthiosulfat. In allen Fällen setzt man vor der völligen Entfärbung etwas Stärkelösung als Indicator zu.

Durch die Säure von bekanntem Gehalt wird dann die Normal- oder Zehntelnormallauge in der gebräuchlichen Weise gestellt.

Ich fand so z. B.

für den Normalfactor von Salzsäure

0,1095	durch Titration des ausgeschiedenen Jodes mit Thiosulfat
0,1092	- - - - -
0,1094	- Fällung als Silberchlorid
0,1093	- - - - -

für den Normalfactor von Schwefelsäure

1,037	durch Titration des ausgeschiedenen Jodes mit Thiosulfat
1,039	- Fällung als Bariumsulfat,

durch welche Zahlen die Brauchbarkeit der Methode erwiesen ist.

Bequemer noch ist es, wenn man sich ein für alle Mal eine $\frac{1}{10}$ N.-Kaliumjodatlösung bereitet, welche 3,5575 g KJO_3 im Liter enthält und für jede Bestimmung einen gemessenen Theil derselben verwendet.

Für die Jodometrie, wo es nicht darauf ankommt, dass die Kaliumjodat-jodidlösung neutral ist, kann man sich auch durch Auflösung einer genau gewogenen Menge Jodes in überschüssiger reiner Kalilauge und Verdünnung auf ein bestimmtes Volum eine Lösung bereiten, aus welcher durch Zusatz von überschüssiger Salzsäure die gesammte Jodmenge wieder frei wird. Eine solche „jodirte Kalilauge“ hat vor der zur Titerstellung des Thiosulfates gebräuchlichen Lösung von Jod in Jodkaliumlösung den Vortheil, dass sie sich, wenn sie stark alkalisch reagirt, ohne Jodverlust aufbewahren lässt.

Deutsche Staatsgewerbeschule Brünn. 30. Mai 1890.

Bestimmung des Zinkes und Stickstoffes in imprägnirten Eisenbahnschwellen.

Von

A. Grittner.

Bei der Untersuchung der giftigen Einwirkungen der Zinksalze auf Pflanzen bestimmten Nobbe, Baessler und Will (Landw. Vers. 1884 S. 381) das Zink in der durch Zerstörung mit Salzsäure und chlorsaurem Kali erhaltenen Lösung. Nach Abscheidung der Kieselsäure und des Eisens wurde das Zink mit Schwefelwasserstoff gefällt, das Schwefelzink in Säure gelöst und das zweite Mal mit kohlensaurem Natron gefällt.

Lechartier und Bellamy (C. r. 84 S. 687) bestimmten das Zink in der menschlichen Leber durch Verkohlen der getrockneten Probe mit Schwefelsäure. Die erhaltene Kohle wurde mit Salpetersäure gekocht und aus dem Filtrat nach Oxydation durch Chlor das Eisen mit Ammoniak gefällt und im Filtrat das Zink durch Schwefelwasserstoff zur Fällung gebracht. Bei Pflanzen

wurde die Probe ohne Säure verkohlt, dann ebenso behandelt. Bei der Untersuchung imprägnirter Eisenbahnschwellen kann dieses Verfahren keine richtigen Resultate geben, da aus dem verkohlten Holze das Zink sich nicht vollständig ausziehen lässt, und man den Rest des Zinkes erhält, wenn die mit Säure behandelte Kohle im Muffelofen verbrannt wird.

Zur Bestimmung des Zinkes in imprägnirten Eisenbahnschwellen lassen sich zwei Wege einschlagen. Nach dem einen mengt man das fein gebohrte oder geraspelte Holz mit Soda und Salpeter, nach dem anderen wird das Holz ohne jede Beimengung über einem Bunsenbrenner bei dunkler Rothglühhitze in einer Platinschale verbrannt. Nach dem ersten Verfahren ist die Verbrennung viel rascher, aber die Kohle verbrennt nie vollständig, so dass man genöthigt ist, die unverbrannte Kohle nach dem Behandeln mit Essigsäure das zweite Mal zu verbrennen.

Bei der Bestimmung des Zinkes verfähre ich daher auf folgende Weise. 10 g der feinen Bohrspäne werden im Porzellanmörser zerrieben, hierauf mit 5 g Soda und 2 bis 3 g Salpeter gemengt, behutsam in einer Platinschale verkohlt, damit in Folge der schnellen Verbrennung nicht einzelne Theile fortgerissen werden. Nachdem die Verbrennung beendet ist, wird mit Essigsäure ausgelaugt, filtrirt, die unverbrannte Kohle sammt Filter in die Platinschale zurückgegeben und jetzt vollständig verbrannt. Die verbleibende Asche wird in Essigsäure gelöst und zum ersten Filtrat filtrirt. Oder das Holz wird für sich allein vollständig verascht. Die Asche löst man in Essigsäure und filtrirt, zum Filtrat setzt man einige Tropfen Natriumacetatlösung und fällt in beiden Fällen durch Schwefelwasserstoff. Der Niederschlag wird 12 Stunden absitzen gelassen, hierauf durch gutes dichtes Papier abfiltrirt, weil der Niederschlag leicht durch das Filter geht. Zum Auswaschen dient mit Essigsäure angesäuertes schwefelwasserstoffhaltiges Wasser. Der getrocknete Niederschlag wird möglichst vom Filter befreit und verbrannt, dann mit Schwefel gemengt und im Rose'schen Tiegel im Wasserstoffstrom geglüht, oder — da die Menge des Zinkes gering ist — über Gebläse geglüht in Zinkoxyd übergeführt.