

| | Theorie | | Versuch | | pCt. |
|------------------|-------------|---------------|---------|-------|------|
| | | | I. | II. | |
| C ₉₆ | 1152 | 35.68 | 36.14 | — | |
| H ₁₆₁ | 161 | 4.99 | 5.66 | — | , |
| J ₅ | 635 | 19.67 | — | 18.47 | , |
| O ₈₀ | 1280 | 39.66 | — | — | , |
| | <u>3228</u> | <u>100.00</u> | | | |

Die im Vacuum getrocknete Substanz scheint wasserfrei zu sein; sie besitzt zerrieben eine braune Farbe und wird, mit Wasser benetzt, dunkelblau; im blauen Zustande zeigt die Jodstärke trocken einen starken kupferfarbenen Oberflächenglanz.

Die Jodstärke enthält ein Wasserstoffatom, welches durch Metalle vertretbar ist. Man erhält die Metallverbindungen, wenn man bei der Bereitung der Jodstärke die freie Jodwasserstoffsäure durch Metalljodide ersetzt. Einige dieser Verbindungen sind in Wasser löslich, wie die Kalium- und die Natriumverbindung, andere ganz unlöslich, wie die Baryum- und die Zinkverbindung. Dass die Baryumverbindung die Zusammensetzung $(C_{24}H_{40}O_{20}J)_4$, Jba¹⁾ besitzt, wurde durch besondere Analyse höchst wahrscheinlich gemacht.

Ein Theil der gegenwärtigen Mittheilung ist in einer in der Zeitschrift für physiologische Chemie Band XI, Seite 306 erschienenen Abhandlung über die blaue Jodstärke und die blaue Jodcholsäure ausführlich besprochen worden.

Freiburg i. B., den 3. März 1887.

Laboratorium des Professor Baumann.

147. Frédéric Weil: Berichtigung.

(Eingegangen am 8. März; mitgeteilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

In diesen Berichten (No. 1, Seite 59) hat Hr. Carl Friedheim meine volumetrische Bestimmung des Schwefelwasserstoffes in durch Salz- oder Schwefelsäure zerlegbaren Sulfiden einer Kritik unterzogen, welche ich erst heute widerlege und berichtige, da mir wegen verspäteter Zusendung dieser Berichte seine Abhandlung erst vor Kurzem bekannt wurde.

¹⁾ Jba = 68.5.

Ich habe schon in den *Comptes Rendus* 102, 1487 bis 1489 erwähnt (Siehe auch diese Berichte XIX., Ref., S. 709), dass ich den entwickelten Schwefelwasserstoff anstatt in ammoniakalische Kupferlösung auch in eine überschüssige von mir modificirte titrirte Fehling'sche Kupferlösung (*liqueur normale tartro-cuprosodique*) leite und nachher den Rest des Kupfers in dieser keiu Ammoniak enthaltenden Lösung nach meinem bekannten und bewährten Verfahren durch Titration mit Zinnchlorür bestimme. Viele Analysen von Blei- und Zinksulphiden (sowie auch Beleganalysen), welche die befriedigendsten Resultate lieferten, wurden von mir mit dieser Fehling'schen Lösung angestellt, weil solche in meinem Laboratorium stets vorrätig ist, da sie auch zu meiner Zuckerbestimmung¹⁾ dient. Sie enthält im Liter 10 g reines Kupfer. Zu deren Herstellung dienen:

39.3375 g reines, trockenes, krystallisirtes schwefelsaures Kupfer,
197.000 g reines Seignettesalz (Weinsaures Natrium - Kalium) und
125.000 g reines kaustisches Natriumhydrat.

Ich habe soeben ähnliches Analysenmaterial wie das von Hrn. Carl Friedheim angewendete, nämlich reinen krystallisirten Antimonglanz von Japan vermittelt meines Verfahrens, (Anwendung angeführter Fehling'scher Lösung und Titration des Kupferrestes vermittelt titrirter stark salzsaurer Zinnchlorürlösung) analysirt.

Es wurden gleichzeitig 3 Analysen, jede mit 0.500 g Antimonglanz von mir, meinem Assistenten, Hrn. Dreyfuss, und einem meiner Schüler Hrn. Deviolaine angestellt.

Andererseits wurde dieser Antimonglanz auf's Sorgfältigste nach der sehr genauen aber umständlichen und zeitraubenden gewichtsanalytischen Methode (Nach Fresenius, Quant. Analyse, 2. Band. 5. Lieferung, S. 540—541) auf Schwefel analysirt, welche einen Gehalt von 28.150 pCt. Schwefel ergab.

Die Resultate nach meinem Verfahren waren:

| | Angewendete Substanzmenge (Antimonglanz) | Schwefelgehalt in pCt. (statt 28.15 pCt. nach Gewichtsanalyse) |
|---------------|---|---|
| 1. Weil | 0.500 g | 28.380 pCt. |
| 2. Dreyfuss | 0.500 g | 28.180 » |
| 3. Deviolaine | 0.500 g | 28.590 » |

Ausführung und Verlauf der Analyse.

Der abgewogene fein pulverisirte Antimonglanz wurde, in Filtrirpapier eingewickelt, schnell in den Gasentwicklungskolben, der 50 ccm

¹⁾ Revue Universelle des Mines, tome XII, 2. Série pag. 204 bis 208.

reine Salzsäure enthielt und auf dem Sandbade erhitzt wurde, eingetragen. Der sich entwickelnde Schwefelwasserstoff wurde in 50 ccm (= 0.5 g Kupfer), der oben angegebenen modificirten Fehling'schen Lösung geleitet, welche in der Vorlage mit ungefähr 100 ccm destillirtem Wasser, in welchem noch 7—8 g kaustisches Natron gelöst waren, verdünnt wurde.

Die Destillation war nach 5 Minuten beendet. Die Temperatur stieg in den ersten Minuten kaum, in den letzten, während namentlich Salzsäure destillirte von 19 auf 35° C.

Der Inhalt der Vorlage wurde gleich nach Beendigung der Destillation in einen Messkolben filtrirt. Filtration und vollständiges Auswaschen des Schwefelkupfers mit kaltem Wasser dauerten nur wenige Minuten. Die filtrirte Lösung mit dem Waschwasser wurde auf 300 ccm gebracht.

Resultate.

I. Analyse Weil:

25 ccm dieser Lösung + ungefähr 60—70 ccm reiner Salzsäure erreichten 5.55 ccm Zinnchlorürlösung, deren Titre $12.2 = 0.04$ g Kupfer.

Also: 300 ccm = 66.6 ccm Zinnchlorür, 0.5 g Kupfer (= 50 ccm Kupferlösung) = 152.5 ccm Zinnchlorür, $152.5 - 66.6 = 85.9$ ccm Zinnchlorür = 0.2816 g präcipitirtes Kupfer aus 0.5 g Antimonglanz.

100 g Antimonglanz = 56.32 g Kupfer.

$56.32 \times 0.50393 = 28.38$ pCt. Schwefel.

II. Analyse Dreyfuss:

100 g Antimonglanz = 55.92 g präcipitirtes Kupfer.

= 28.18 pCt. Schwefel.

III. Analyse Deviolaine:

100 g Antimonglanz = 56.72 g präcipitirtes Kupfer.

= 28.59 pCt. Schwefel.

Schlussfolgerung.

Aus Obigem geht hervor, dass mein Verfahren immer genaue und übereinstimmende Resultate liefert und dass auch dessen Ausführung an Einfachheit, Schnelligkeit und Bequemlichkeit gar nichts zu wünschen übrig lässt.

Paris, den 6. März 1887.

Laboratoire Central de Chimie et de Métallurgie.