

gedenke. Bemerken möchte ich nur noch, dass die *p*-Diazobenzolsulfosäure und mehrere andere Diazosulfosäuren, welche ich in dieser Richtung untersucht habe, sich in keiner Weise mit *p*-Nitrophenol direct zu vereinigen scheinen. Ueberhaupt möchte ich hier hervorheben, dass ich sogar sehr häufig beobachtet habe, dass verschiedene Diazoverbindungen gegen ein und dasselbe Phenol, oder gegen ein und dieselbe Amidverbindung ein ganz verschiedenes Verhalten zeigen. So ist z. B. auch die Para-Diazophenolsulfosäure nicht fähig, sich mit gewöhnlichem Phenol zu verbinden, obwohl letzteres mit fast allen anderen Diazoverbindungen mit der grössten Leichtigkeit Oxyazokörper zu liefern vermag. In wie weit diese Abweichungen auf die Verschiedenheit in der Constitution dieser Diazoverbindungen zurückzuführen sind, hoffe ich ebenfalls später näher erörtern zu können.

91. Jean Krutwig: Trennung von Jod und Chlor auf trockenem Wege.

(Eingegangen am 15. Februar.)

Wir besitzen ausgezeichnete Methoden zur Erkennung und Bestimmung von Jod neben Chlor und Brom. Ich erwähne hier: 1) die von Grange mittelst Untersalpetersäure¹⁾; 2) die von Fresenius durch eine Auflösung von salpetriger Säure in Schwefelsäure²⁾; 3) die von Donath durch Chromsäurelösung³⁾; 4) die von Duflos durch Destillation mit Eisenchlorid; 5) die Fällung als Kupferjodür⁴⁾; 6) die Fällung als Palladiumjodür⁵⁾ (Lassaigne); 7) die als Thalliumjodür⁶⁾. Jedoch haben die meisten dieser Methoden den Nachtheil, dass sie zur Ausführung ziemlich viel Zeit in Anspruch nehmen, entweder durch Aufstellung von Apparaten oder durch langsame Bildung der Niederschläge.

Deshalb glaube ich folgende Methode zur Trennung von Chlor und Jod empfehlen zu dürfen, da sie den Vortheil hat leicht und schnell ausführbar zu sein.

1) Grange, Journ. für prakt. Chemie 55 (167).

2) Fresenius, Quantitative chemische Analyse.

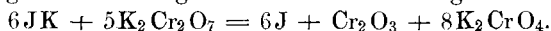
3) Donath, Zeitschrift für analytische Chemie 19 (19).

4) Mohr, Zeitschrift für analytische Chemie 12 (366); Rammelsberg, diese Berichte VII, (544).

5) Lassaigne, Journ. de chim. med. 11 (57).

6) Zeitschrift für analyt. Chemie 11 (397).

Erhitzt man ein trockenes Gemisch von Jodkalium und Kaliumbichromat (in Ueberschuss), so geht das Jod vollständig heraus und es bleibt Chromoxyd, chromsaures Kalium und Kaliumbichromat zurück. Folgende Gleichung erläutert die Zersetzung:



Diesen Versuch führte ich auf folgende Weise aus:

Das käufliche Jodkalium und ebenso das Kaliumbichromat wurden vorher umkrystallisirt, geschmolzen und gepulvert. Das Jodkalium wurde in einem Porcellantiegel gewogen, die sechsfache Menge Kaliumbichromat hinzugefügt, mit dem Jodkalium innig gemengt und der Tiegel wieder gewogen. Man erhitzt alsdann den Tiegel schwach über einer Lampe bis keine Joddämpfe mehr entweichen. Nach ungefähr einer halben Stunde nicht zu starken Erhitzens ist das Jod völlig ausgetrieben. Der Tiegel wird wieder gewogen; die Quantität Jod wird durch den Gewichtsverlust angegeben.

Jodkalium angewendet	Gewichtsverlust an Jod gefunden	Gewichtsverlust berechnet
0.6910	0.5240	0.5280
0.6031	0.4581	0.4600

Es lässt sich auch die Quantität Jod durch das Gewicht des gebildeten Chromoxyds ermitteln. Dieses geschieht auf folgende Weise.

Man bringt die geschmolzene Masse in ein Becherglas, behandelt sie mit Wasser und erwärmt einige Zeit auf dem Wasserbade. Es lösen sich das Kaliumchromat und das Kaliumbichromat ziemlich schnell auf. Das zurückgebliebene Chromoxyd, welches eine schöne dunkelgrüne Farbe besitzt, wird abfiltrirt, getrocknet und gewogen.

Jodkalium angewendet	Chromoxyd gefunden	Berechnet
0.2810	0.0428	0.0433
0.2215	0.0340	0.0341
1.7128	0.2620	0.2640

Chlornatrium dagegen wird von Kaliumbichromat nicht angegriffen.

Man kann also ein Gemisch von Jodkalium und Chlornatrium trennen indem man das Gemisch beider Salze mit Kaliumbichromat im Porcellantiegel erhitzt. Das Jod lässt sich durch Gewichtsverlust oder durch Wiegen des gebildeten Chromoxyds bestimmen. In der von Chromoxyd abfiltrirten und mit Salpetersäure angesäuerten Lösung wird das Chlornatrium durch Silbernitrat gefällt und als Chlorsilber gewogen.

Analyse I.

a. JK angewendet	Cr ₂ O ₃ gefunden	berechnet
0.2810	0.0438	0.0433
b. NaCl angewendet	AgCl gefunden	berechnet
0.1085	0.2640	0.2660

Analyse II.

a. JK angewendet	Cr ₂ O ₃ gefunden	Cr ₂ O ₃ berechnet
0,3808	0,0580	0,0586
b. NaCl angewendet	AgCl gefunden	AgCl berechnet
0,2238	0,5500	0,5484.

Ich beabsichtige die Einwirkung von Kaliumbichromat auf Bromide, Chloride und Jodide anderer Metalle zu untersuchen.

Lüttich, Laboratorium der Bergschule.

92. R. Nietzki: Ueber Paramidoacetanilid und über einige neue Azokörper.

(Eingegangen am 15. Februar.)

Es scheint bisher nicht gelungen zu sein, nitrirte Acetylderivate aromatischer Amine durch Reduktion in die entsprechenden Amido-derivate überzuführen.

Hobrecker¹⁾, welcher das Paranitracetanilid reducirte, erhielt Paraphenylendiamin und Essigsäure, während die Reduktion des Orthonitroparacetoluids ihn zu einer sogenannten Anhydrobase führte. Ich habe nun gefunden, dass sich das Nitracetanilid sehr leicht in das Amidoacetanilid (Monacetylparaphenylendiamin) überführen lässt, und dass es dabei nur auf die richtige Wahl des Reduktionsmittels ankommt.

Die Resultate Hobrecker's sind leicht durch den Umstand zu erklären, dass dieser Chemiker mit Zinn und Salzsäure reducirte, und dass Letztere die gebildete Acetylbase ziemlich leicht verseift.

Nimmt man dagegen die Reduktion in bekannter Weise mit Eisen und wenig Essigsäure vor, so entsteht ziemlich glatt Amidoacetanilid, welches mit heissem Wasser der Masse entzogen werden kann.

Man versetzt am besten die Masse nach vollendeter Reaktion mit so viel Sodalösung, dass sie eben alkalisch reagirt, und alles gelöste Eisen in Form von Carbonat ausgeschieden ist, und kocht dann mit Wasser aus. Aus dem filtrirten Auszug krystallisiren beim Erkalten lange, meist etwas bräunlich gefärbte Nadeln, welche sich durch Umkrystallisiren aus heissem Wasser unter Beihülfe von etwas Thierkohle fast farblos erhalten lassen.

¹⁾ Diese Berichte V, 920.