

## 194. A. Ladenburg: Ueber reines Jod.

(Eingegangen am 10. März 1902.)

Schon seit längerer Zeit bin ich mit Untersuchungen über das Atomgewicht des Jods beschäftigt<sup>1)</sup>, über die ich aber erst später berichten werde. Bei dieser Gelegenheit handelte es sich u. a. auch um Darstellung von reinem Jod, und namentlich um eine Trennung desselben vom Chlor, das jenem Element immer in kleinen Mengen anhaftet. Die bekannten Methoden, selbst die von Stas, schienen mir für meine Zwecke nicht geeignet, und ich habe daher selbst eine andere Methode ausgearbeitet.

Schon lange ist bekannt, dass das Jodsilber viel weniger in Ammoniak löslich ist als das Chlorsilber. Nach den in meinem Laboratorium darüber angestellten Versuchen ist aber das Verhältniss der Löslichkeiten von Jod- zu Chlor-Silber ein viel kleineres als man zunächst annehmen sollte: es ist nämlich etwa 1:1000<sup>2)</sup>. Darauf liess sich also eine sehr einfache Methode der Trennung gründen.

Sogenanntes reines Jodkalium, wie man es von Kahlbaum beziehen kann, das nach meinen Versuchen noch 0.07 pCt. Chlorkalium enthält, wird in Jodsilber verwandelt und dieses nach Filtration und Auswaschen 24 Stunden mit concentrirtem Ammoniak geschüttelt, dann abgesaugt und vollständig ausgewaschen. Es ist dann vollständig rein, wie daraus hervorgeht, dass die Löslichkeit desselben in verdünntem Ammoniak bei wiederholtem Schütteln mit verdünntem Ammoniak constant bleibt. Und zwar beträgt die Löslichkeit des Jodsilbers in 100 Theilen Ammoniak vom spec. Gewicht 0.971 bei 15°, bei einer Temperatur von 16° als Mittel aus 3 Versuchen, welche 0.0045, 0.0046 und 0.0043 ergaben, 0.0045 Theile Jodsilber.

Wenn es sich nicht um sehr grosse Genauigkeit handelt, so kann man sogar aus der Farbe des Verdampfungsrückstandes erkennen, ob das Jodsilber rein ist, resp. ob es noch Chlorsilber enthält. Man dampft dann zweckmässig in einer Glasschale bei diffusem Tageslicht ab. War das Jodsilber rein, so bleibt ein blassgelber Rückstand, im anderen Fall ist er deutlich violett bis schwarz gefärbt.

Um aus dem Jodsilber das Jod zu gewinnen, reducirt man dasselbe in der Kälte mit reinem Zink und Schwefelsäure und zerlegt das gebildete Jodzink durch salpetrige Säure. Das ausgeschiedene Jod wird dann noch 1 resp. 2 Mal mit Wasserdampf übergetrieben und dann über Chlorcalcium getrocknet<sup>3)</sup>.

<sup>1)</sup> Vergl. Chem. Zeit. 1901, 687.

<sup>2)</sup> Die genaueren Daten sollen demnächst angegeben werden (vergl. übrigens Bodländer und Fittig, Zeitschr. f. physikal. Chem. 39, 597).

<sup>3)</sup> Stas giebt an, dass beim Trocknen von Jod über Schwefelsäure ersteres immer schwefelsäurehaltig werde, was ich nicht bestätigen kann.

Das reine Jod erscheint etwas schwärzer und weniger leicht flüchtig als gewöhnliches Jod. Der Siedepunkt wurde nach Anbringung aller Correcturen für Druck, Quecksilber ausserhalb des Dampfs etc. zu  $183.05^{\circ}$  gefunden. Die Destillation geschah in einem Apparat, der ganz aus Glas bestand und das Thermometer war eingeschliffen. Dasselbe war genau verglichen mit einem Normalthermometer, das in der physikalischen Reichsanstalt mit dem Luftthermometer verglichen und dem eine Correctionstabelle beigegeben war.

Die Angabe von Stas, dass reines Jod über  $200^{\circ}$  siede, beruht entweder auf einem groben Beobachtungsfehler, der für Stas ganz ungewöhnlich wäre, oder auf einem Druckfehler.

Ramsay und Young<sup>1)</sup> geben  $184.35^{\circ}$  an. Ihre Beobachtungen sind offenbar sehr sorgfältig ausgeführt, doch scheinen sie das Jod nicht gereinigt zu haben.

Der Schmelzpunkt des Jods wurde einerseits im Roth'schen Apparat in einem kleinen Röhrchen, in welchem die Verflüssigung des Jods scharf beobachtet werden konnte, bestimmt. Als Mittel aus 2 Versuchen, bei denen  $116^{\circ}$  und  $116.2^{\circ}$  beobachtet wurde, kann  $116.1^{\circ}$  gelten. Regnault giebt  $113.6^{02}$ , Stas  $113-115^{03}$ , Ramsay und Young<sup>1)</sup>  $114^{\circ}$  an. Bei der Bestimmung des Schmelzpunkts in weiten Röhren, sodass das Thermometer von dem schmelzenden Jod umgeben war, wurde für Schmelz- und Erstarrungs-Punkt  $113.7^{\circ}$  gefunden<sup>4)</sup>.

Das spec. Gewicht zu bestimmen, macht einige Schwierigkeiten. Es wurde in ausgekochtem Wasser bestimmt; die vollständige Beseitigung der Luftblasen wurde mit Hülfe einer Wasserluftpumpe erreicht.

Bei drei Bestimmungen wurde gefunden:

$$d_{40}^{40} : 4.935; 4.942; 4.923.$$

$$\text{Mittel: } d_{40}^{40} : 4.933.$$

Gay-Lussac giebt in seiner klassischen Arbeit über Jod das spec. Gewicht zu  $d_{17}^{17} 4.948$  an. Leider giebt er nicht an, wie er den Versuch ausgeführt hat<sup>5)</sup>.

Bei dieser Untersuchung wurde ich in dankenswerther Weise von meinem Assistenten Hrn. Dr. Bach unterstützt.

1) Trans. of chem. soc. 1886, 453.

2) Jahresber. 1856.

3) Jahresber. 1865.

4) vergl. Landolt, Zeitschr. f. phys. Chem. 4, 349 [1889].

5) vergl. auch Playfair, Proc. Roy. Soc. Edinb. 4, 241.