

0.1180 g Sbst.: 0.2070 g AgBr. — 0.1436 g Sbst.: 0.1030 g CO₂, 0.0126 g H₂O.

C₇H₂O₂Br₄. Ber. Br 73.1, C 19.2, H 0.5.
Gef. » 74.4, » 19.5, » 0.8.

Molekulargewichtsbestimmungen:

- I. 0.1287 g Sbst.: 23.0 g Benzol. Erniedrigung 0.072^o.
II. 0.2007 g Sbst.: 23.0 g Benzol. Erniedrigung 0.107^o.

C₇H₂O₂Br₄. Ber. 438. Gef. I. 390. II. 446.

Die Constitution der angeführten Substanzen hoffen wir bald ermitteln zu können.

Rostock, den 29. December 1905.

34. P. Jannasch und Fr. Zimmermann: Ueber die Verwendung des Wasserstoffsuperoxyds zur quantitativen Trennung der Halogene.

[Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 5. Januar 1906.)

Die erste directe quantitative Trennung der drei Halogene Jod, Brom und Chlor gelang 1892 dem Einen von uns und K. Aschoff durch Wasserdampfdestillation des mit salpetriger Säure in Freiheit gesetzten Jods im Einschliffkolben und darauf folgende Abscheidung des Broms in essigsaurer Lösung mit Kaliumpermanganat. Später ersetzten wir (Jannasch und W. Storp) noch die Essigsäure durch Phosphorsäure, sowie das natronalkalische Wasserstoffperoxyd als Absorptionsmittel durch ammoniakalisches Hydrazinsulfat¹⁾, welche Methoden sich in jahrelanger Laboratoriumspraxis vollkommen bewährten.

Neuerdings fanden wir nun, dass das Wasserstoffperoxyd in essigsaurer Lösung ganz ausgezeichnet geeignet ist, das Jod genau und rasch von Brom und Chlor zu trennen.

Zur Ausführung der Trennung benutzten wir den auf S. 394 a. a. O. abgebildeten Apparat und legten zur sicheren Absorption des Jods noch ein zweites Péligot-Rohr vor. Man löst jetzt das vorliegende Halogengemenge im Destillirkolben mit 120—150 ccm Wasser auf, giebt 15 ccm reinen Eisessig, schliesslich wenigstens 3 ccm 30-procentiges Merck'sches Wasserstoffperoxyd hinzu und bewerkstelligt

¹⁾ Siehe das Nähere hierüber in: Prakt. Leitfaden der Gewichtsanalyse von P. Jannasch, II. Aufl. 1904, S. 393.

alsdann die Destillation des Jods im Dampfströme. Die Dauer der quantitativen Vertreibung des Jods beanspruchte nicht mehr als 20—25 Minuten, während eine vollständige Entfärbung der Flüssigkeit schon nach Verlauf von 3—5 Minuten erfolgte. Zur chemischen Bindung des Jods enthält die Hauptvorlage etwa 80—100 ccm Wasser zusammen mit 10 g umkrystallisiertem Hydrazinsulfat und 10 ccm höchst concentrirtem Ammoniak; auf die Beschickung von je einem Péligot-Rohr sind 25 ccm Wasser, 2 ccm concentrirtes Ammoniak und 0.5 g Hydrazinsulfat zu rechnen. Nach Beendigung der Destillation spült man den Inhalt sämtlicher Vorlagen in ein grosses Becherglas, säuert kalt mit 30—40 ccm concentrirter, chlorfreier Salpetersäure an und fällt, ebenfalls in der Kälte, mit überschüssiger Silbernitratlösung aus, worauf das erhaltene Silberjodid so lange auf dem Asbestdrahtnetz erhitzt wird, bis es sich zum Abfiltriren genügend geklärt hat.

Wie die nachfolgenden Analysen und besondere Proben des rückständigen Destillates zeigten, geht in essigsaurer Flüssigkeit einzig und allein das Jod quantitativ über, sodass sich in der Lösung keine Spur desselben mehr nachweisen lässt. Desgleichen wird unter den angegebenen Versuchsbedingungen weder Chlor noch Brom in Freiheit gesetzt. Das Letztere ist aber von dem Chlor durch Zusatz einer grösseren Menge Schwefelsäure trennbar, nur müssen die hierzu erforderlichen Quantitäten durch eine Reihe besonderer Analysen ausprobiert und festgestellt werden. Die bislang erzielten Resultate schlossen noch Minusbeträge von 5—10 mg Bromkalium auf 0.3 g angewandte Substanz ein. Wir behalten uns deshalb weitere Versuche über die quantitative Trennung von Jod, Brom und Chlor unter alleiniger Anwendung von Wasserstoffperoxyd in saurer Lösung vor.

I. Analyse: 0.3025 g KJ (zusammen mit 0.2952 g KBr und 0.3030 g NaCl): 0.4279 g AgJ = 0.3024 g KJ (Diff. also = 0.0001 g KJ).

II. Analyse: 0.3334 g KJ (zusammen mit 0.2474 g KBr + 0.2451 g NaCl): 0.4718 g AgJ = 0.3336 g KJ (Diff. also = 0.0002 g).

Heidelberg, Universitätslaboratorium, Januar 1906.