

brennung tritt wieder Kohlebildung auf. Die Kohle wird wieder abfiltriert und für sich verbrannt. Es ist ratsam, bei fetten Substanzen:

1. mit der Temperatur so hoch zu gehen, wie überhaupt zulässig, ohne Jodverluste befürchten zu müssen,

2. zum Entfernen der Kohle entweder ein Oxydationsmittel (Na NO_3) oder etwas Ätzkali zuzusetzen.

Die Verbrennung der organischen Substanz kann nur dann als vollständig angesehen werden, wenn die Salzmassen nach dem Veraschen reinweiß oder durch Beimischung von Ferrioxyd hellrotbraun gefärbt sind. Alle grauen Töne deuten auf unvollständige Verbrennung.

2. Die Anreicherung des Jods und die Zerstörung der letzten Spuren organischer Substanz.

a) Die Alkoholextraktion. Nachdem sich die Schale abgekühlt hat, gibt man etwa 2 bis 3 ccm 96%igen Alkohol auf die Salzmasse, setzt einige Tropfen Wasser zu und läßt dann mindestens zehn Minuten stehen. (Die Schale soll mit einem Uhrglas bedeckt werden.) Dabei wird die Salzmasse aufgeweicht. Dann verreibt man solange mit einem Achatpistill, bis sich ein gleichmäßiger, dickflüssiger Salzbrei gebildet hat und an keiner Stelle mehr Salzkrusten an der Schale haften. Sollte letzteres der Fall sein, so werden die Krusten durch vorsichtiges Zutropfen von Wasser (oder auch Pottaschelösung) und erneutes Verreiben aufgelöst.

Jetzt wird der Alkohol durch Dekantieren in eine etwa 5 cm weite Goldschale mit flachem Boden übergeführt¹²⁾. Zu diesem Zweck wird der Rand der Eisenschale außen mit etwas Vaseline bestrichen und der Rand der Goldschale an einer Stelle nach innen gebogen (nicht geknickt!). Bringt man nun die eingebogene Stelle der Goldschale zur Berührung mit dem inneren Rand der Eisenschale, so gelingt es durch Neigen der Schalen gegeneinander, den Alkohol ohne Verluste in die Goldschale überzugießen. Die Extraktion wird mindestens dreimal wiederholt.

b) Die erste Verbrennung in der Goldschale.

¹²⁾ Goldschalen werden von uns an Stelle von Platinschalen verwendet. Sie haben den Vorzug der relativen Billigkeit, müssen aber sehr vorsichtig behandelt werden.

Man setzt zu der alkoholischen Lösung in der Goldschale etwa fünf Tropfen 50%ige Pottaschelösung und soviel Wasser, daß sich eine homogene Lösung bildet, und dampft auf dem Wasserbade zur Trockne ein. Der Wasserzusatz bewirkt, daß das Eindampfen auf dem Wasserbade langsamer und ruhiger verläuft und daß die gelösten Salze sich ausschließlich auf dem Boden der Schale absetzen.

Nach beendigtem Eindampfen erhitzt man die Schale vorsichtig über einer kräftigen, nichtleuchtenden Bunsenflamme. Man muß dafür Sorge tragen, daß alle Teile der Schale gleichmäßig, aber nicht zu stark ausgeglüht werden; dies wird durch stetes Hin- und Herbewegen erreicht, so daß die Schale jeweils nur kurz in die Flamme kommt. Während des Erhitzens löst sich meistens ein Teil der Salze vom Boden ab und kann so nicht ordentlich ausgeglüht werden. Man kühlt daher die Schale ab, löst den Inhalt in ein paar Tropfen Wasser, verdampft zur Trockne und glüht wieder vorsichtig. Es muß solange mit dem abwechselnden Glühen und Auflösen fortgefahren werden, bis die Salze beim Eindampfen den Boden der Schale mit einem gleichmäßigen Überzug bedecken und reinweiß geworden sind.

c) Die Alkoholextraktion in der Goldschale. Man läßt erkalten, fügt etwa 2 ccm 96%igen Alkohol und ein bis zwei Tropfen Wasser zu, verreibt mit dem Pistill, bis sich ein gleichmäßiger Salzbrei gebildet hat, führt den alkoholischen Auszug durch Dekantieren in eine andere Goldschale, oder besser, in eine Gold-Platinschale (90% Au, 10% Pt) über und dampft ohne Zusatz von Pottasche auf dem Wasserbad zur Trockne. Es wird auch hier Wasser zugesetzt, um das Verdampfen des Alkohols ruhiger zu gestalten. Die zurückbleibenden Salze sollen nur einen dünneren Beschlag auf dem Boden der Schale bilden.

Größere Mengen von Salzen werden hier stets bei der Extraktion chloridreicher Salzgemische beobachtet, wie auch bei solchen, die freie Kalilauge enthalten (diese wird am besten durch Überleiten von Kohlensäure in Karbonat verwandelt). In solchen Fällen müssen noch einmal ein paar Tropfen Pottaschelösung zugesetzt und die Extraktion nach dem Eindampfen und Glühen wiederholt werden.

d) Die zweite Veraschung in der Platin-Goldschale. Man erhitzt nun die Schale in einer starken, nichtleuchtenden Bunsenflamme. Bei diesem letzten „Glühen“ treten am

leichtesten Verluste ein. Man muß darauf achten, daß die Schale stets nur ganz kurze Zeit in die Flamme kommt. Die Salze dürfen keinesfalls zum Schmelzen kommen.

Es kommt manchmal vor, daß beträchtliche Mengen organischer Substanz sich allen vorhergehenden Verbrennungen entziehen und erst bei der letzten Veraschung unter Bildung von Kohle und brauner Zersetzungsprodukte zerstört werden. War dies der Fall, so wiederholt man das Glühen mit Pottasche, extrahiert wieder und glüht dann noch ein letztes Mal.

3. Der Analysengang bei Gegenwart großer Mengen von Kalksalzen.

Bei der Untersuchung von sehr kalkreichen Substanzen haben wir die Erfahrung gemacht, daß das v. FELLEBERG'sche Verfahren auch in der jetzt von uns geschilderten Form in manchen Fällen nicht zum Ziele führt. Wir beobachteten gelegentlich Fehlresultate, wo nur ein Fünftel bis ein Sechstel des Gesamtjods bei Einhaltung des üblichen Analysenganges zur Bestimmung gelangt.

Es zeigte sich, daß in diesen Fällen das Jod nach der Veraschung in alkoholunlöslicher Form vorlag und sich dadurch der Bestimmung entzog. In solchen Fällen kommt man zum Ziel, wenn man den Glührückstand in Salzsäure löst und nachher die Flüssigkeit wieder alkalisch macht, ehe man mit Alkohol extrahiert.

Bequemer und sicherer kommt man zum Ziel, wenn man nach der gewöhnlichen Verbrennung in der Eisenschale Wasser zusetzt, auf dem Wasserbad erwärmt und das ungelöste, zurückbleibende Kalziumkarbonat heiß filtriert und mit heißem Wasser gründlich auswäscht. Man kann dann noch den Kalk mit Säure vom Filter lösen, wieder ausfällen und abfiltrieren.

Da aber bei gründlichem Auswaschen mit heißem Wasser nur ein unbedeutender Teil des Jods auf dem Filter zurückgehalten wird, kann man sich damit begnügen, den Filtrerrückstand nochmals unter Zusatz von etwas Pottasche zu verbrennen. Das Filtrat wird zur Trockne verdampft, nochmals geglüht, mit Alkohol extrahiert und die alkoholischen Auszüge alle vereinigt.

Das oben erwähnte Verhalten sowie der Umstand, daß bei anderen untersuchten kalkreichen Proben das gewöhnliche v. FELLEBERG'sche Verfahren Werte lieferte, die nur etwa 15% zu niedrig waren, legt die Vermutung nahe, daß das Jod in manchen