

1. Solution alcoolique de phenolphthaleïne 1%.—2. Solution NaOH 20%.—3. Solution KMnO<sub>4</sub> 1%.—4. Acide sulfurique concentré (p. s. 1.84).—5. Solution acide oxalique 8%.—6. Réactif fuchsine-sulfureux.—Ce dernier se prépare en mélangeant 50 cm<sup>3</sup> de solution 1% de fuchsine pure avec 33 cm<sup>3</sup> de solution NaHSO<sup>3</sup> (2 grs. NaSO<sup>3</sup> d'eau) et en y ajoutant goutte à goutte dans le mélange 4 cm<sup>3</sup> d'acide sulfurique concentré. Ce réactif peut s'employer au plus tard six heures après sa préparation.

20 cm<sup>3</sup> du vinaigre à examiner se neutralisent par NaOH 20% à la phenolphthaleïne. On distille sur une petite flamme en employant comme récipient un cylindre de 10 cm<sup>3</sup> contenant au préalable 0.5 cm<sup>3</sup> d'eau distillée dans laquelle on plonge le bout du réfrigérant. La distillation continue jusqu'à ce qu'on obtienne 4.5 cm<sup>3</sup> de distillat; on prendra de ce dernier 0.3 cm<sup>3</sup>, on y ajoutera 5 cm<sup>3</sup> de solution KMnO<sub>4</sub> et 0.2 cm<sup>3</sup> d'acide sulfurique concentré. Trois minutes après on y ajoutera 1 cm<sup>3</sup> de solution d'acide oxalique, 1 cm<sup>3</sup> d'acide sulfurique concentré et 5 cm<sup>3</sup> du réactif de fuchsine. Le liquide se porte en observation dans un verre cylindrique de diamètre 2.5 cm et de hauteur 5 cm. Sur des vinaigres purs aucune coloration ne paraît 15 minutes après l'addition du réactif tandis qu'au contraire sur des vinaigres falsifiés paraît une coloration bleu-violette.

Par cette méthode ont été examinés des vinaigres purs de différentes provenances et de différentes méthodes de préparation qui n'ont pas donné de réaction sur 0.5 et 0.3 cm<sup>3</sup> du distillat, tandis qu'au contraire des vinaigres préparés par nous par l'addition d'alcool dénaturé de 1%, 1.5%, 2% et 3% dans le vin ont donné sans exception une réaction nettement positive sur 0.3 cm<sup>3</sup> du distillat.

**ΑΝΑΛΥΤΙΚΗ ΧΗΜΕΙΑ.**—Νέα μέθοδος ἀναζητήσεως ἵχνῶν ἰωδιούχων ἀλάτων παρουσίᾳ βρωμιούχων καὶ χλωριούχων\*, ὑπὸ **A. Βασιλείου.**  
\*Ανεκοινώθη ὑπὸ κ. Γ. Ἰωακείμογλου.

Αἱ συνήθως διὰ τὴν ἀνίχνευσιν καὶ προσδιορισμὸν ἰωδιούχων ἀλάτων χρησιμοποιούμεναι μέθοδοι βασίζονται ἐπὶ τῆς δέξιειδώσεως αὐτῶν, εἴτε πρὸς μεταλλικὸν ἰώδιον καὶ παραλαβῆς τούτου ὑπὸ τινος διαλυτικοῦ μέσου (διθειάνθραξ, χλωροφόρμιον) εἴτε πρὸς ἰωδικὰ ἀλάτα καὶ ἀποβολῆς ἐκ τούτων ἔξαπλασίου ποσοῦ μεταλλικοῦ ἰωδίου τῇ προσθήκῃ KJ καὶ δέξοι<sup>1</sup>.

Διὰ τῆς ὑφ' ἡμῶν προτεινομένης μεθόδου τὰ ἐν τῇ ὑπὸ ἔξέτασιν οὖσίᾳ ὑπάρχοντα ἵχνη ἰωδιούχων ἀλάτων ἀνίχνεύονται παραμένοντα εἰς ἣν εὑρίσκονται κατάστασιν καὶ ἐπὶ παρουσίᾳ μεγάλων ποσοτήτων ἀλάτων τῶν λοιπῶν ἀλατογόνων.

'Η μέθοδος ἀνιχνεύσεως αὐτῶν στηρίζεται ἐπὶ τῶν ἔξης δύο δεδομένων:

\* A. VASSILIOU.—Neue Methode zum Nachweis von Jodiden in Spuren, bei Gegenwart von Bromiden und Chloriden.

<sup>1</sup> Chemisches Centralblatt, 1, 1931, s. 2089.—2, 1926, s. 2338.—Zeitschr. f. angew. Chemie, 1, 1915, s. 496.—I. KÖNIG. Chemie der Nahrungs- und Genussmittel, 3 Teil, s. 596. Untersuchung von Mineralwasser.—LUNGE-BERL. Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 1, 1926, s. 510, Trink- und Brauchwasser. Iodidbestimmung.

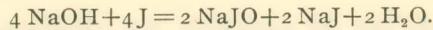
1. "Οτι ύδατικὸν διάλυμα μεταλλικοῦ ἰωδίου ἐν μεγάλῃ ἀραιώσει δὲν χρώννυται κυανοῦν τῇ προσθήκῃ σταγόνων διαλύματος ἀμύλου, καὶ

2. "Οτι εἰς διάλυμα ύδατικὸν ἰωδίου τοιαύτης ἀραιώσεως ἐν προστεθῶσιν ἔστω καὶ ἵχνη ἰωδιούχων ἀλάτων ἐμφανίζεται τῇ προσθήκῃ σταγόνων ἀμύλου κυανῇ χρῶσις, ἐπαυξανομένης μεγάλως δι' αὐτῶν τῆς εὐαισθησίας τῆς ἀντιδράσεως.

Ἡ παρούσιά ἐν τῷ διαλύματι βρωμιούχων, χλωριούχων, θειικῶν, νιτρικῶν ἢ ἀμμωνιακῶν ἀλάτων μέχρι 30% δὲν παρεμποδίζει τὴν ἀντιδρασιν οὐδὲ ἐπηρεάζει ταύτην αἰσθητῶς, ἐφ' ὃσον αὕτη ἐκτελεῖται ὑπὸ τοὺς κατωτέρω καθοριζομένους ὅρους.

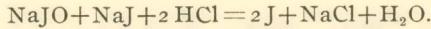
ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΟΥ ΚΑΙ ΕΛΕΓΧΟΣ ΑΥΤΟΥ. — Τοῦτο κατὰ τὴν χρῆσιν δέον νὰ εἶναι ἀπολύτως πρόσφατον, παρασκευαζόμενον ὡς ἀκολούθως:

0,1 γραμ. μεταλλικοῦ ἰωδίου χημικῶς καθαροῦ διαλύονται εἰς 10 κ. ἑ. καν. διαλύματος NaOH.



Μετὰ τὴν τελείαν διάλυσιν λαμβάνεται 1 κ. ἑ. καὶ ἀραιοῦται εἰς 100 κ. ἑ. ὕδατος ἀπεταγμένου, προξεσθέντος καὶ είτα ψυχθέντος εἰς τὴν θερμοκρασίαν τοῦ δωματίου. Τὸ ἀντιδραστήριον τοῦτο φυλάσσεται ἐντὸς σκοτεινῆς φιάλης καὶ ἐλέγχεται ὡς ἀκολούθως.

Ἐντὸς ἔχοο δοκιμαστικοῦ σωλῆνος φέρεται 1 κ. ἑ. τοῦ ἀντιδραστηρίου καὶ ὁξυνίζεται διὰ τριῶν σταγόνων ἀραιοῦ HCl (10 κ. ἑ. HCl εἰδ. βάρους 1,19 συμπληρωοῦνται δι' ὕδατος εἰς δύκον 100 κ. ἑ.).



Ἄραιοῦται διὰ 5 κ. ἑ. ὕδατος ἀπεσταγμένου καὶ μετὰ τὴν τελείαν ἀνάμιξιν προστίθενται δύο σταγόνες προσφάτως παρασκευασθέντος διαλύματος ἀμύλου 1%, ὅπότε δέον ἐπὶ καλῶς ἐκτελεσθείσης ἐργασίας νὰ μὴ ἀναφανῇ κυανῇ χρῶσις καὶ μετὰ πάροδον ἐνὸς πρώτου λεπτοῦ ἀπὸ τῆς προσθήκης τοῦ δείκτου. Μετὰ τὴν δοκιμασίαν ταύτην τὸ ἀντιδραστήριον εἶναι ἔτοιμον πρὸς χρῆσιν.

ΤΡΟΠΟΣ ΕΚΤΕΛΕΣΕΩΣ. — Προκειμένου περὶ ἀναζητήσεως ἵχνῶν ἰωδιούχων ἀλάτων ἐν μίγματι μετὰ χλωριούχων καὶ βρωμιούχων ἀποουσίᾳ ἀλλων ἀλάτων, παρασκευαζόμενον διάλυμα αὐτῶν 30% καὶ ἀνιχνεύομεν τὴν παρουσίαν ἐν αὐτοῖς ἰωδιούχων ἀλάτων ἐργαζόμενοι ὡς ἀνωτέρω ἐξετέθη κατὰ τὸν ἔλεγχον τοῦ ἀντιδραστηρίου μὲ τὴν διαφορὰν ὅτι διὰ τὴν ἀραιώσιν τοῦ ἀποβληθέντος διὰ τῆς προσθήκης HCl μεταλλικοῦ ἰωδίου χρησιμοποιοῦμεν 5 κ. ἑ. τοῦ ὑπὸ ἐξέτασιν διαλύματος.

Ἐπὶ παρουσίᾳ ἵχνῶν ἰωδιούχων ἀλάτων ἔστω καὶ εἰς ἀραιώσιν 1:1.000.000 ἀναφαίνεται κυανῇ χρῶσις, ἥς ἡ ἔντασις εἶναι ἀνάλογος πρὸς τὸ ποσὸν τοῦ ἐν διαλύσει ἰωδιούχου ἀλατος.

Προκειμένου περὶ ἀνιχνεύσεως ἰωδιούχων ἀλάτων εἰς πόσιμα ὕδατα ἥ ἐργασία ἐκτελεῖται ὡς ἀκολούθως:

20 κ. ἑ. τοῦ ὑπὸ ἐξέτασιν ὕδατος φέρονται ἐν ποτηρίῳ ζέσεως καὶ θερμαίνονται ἐπὶ ἀτμολούτρου τῷ προσθήκῃ σταγόνων ἀραιοῦ διαλύματος ἀνθρακικοῦ νατρίου μέχρις ἀλκαλικῆς ἀντι-

δράσεως και ἔξατμιζονται μέχρις δύγκου 10 κ. ἑ. Μετά τὴν ψῦξιν διηθοῦνται δι' ἡθμοῦ 7 ἑκατοστ. διαμέτρου, ἔξουδετεροῦται τὸ διήθημα δι' ἀραιοῦ HCl, θερμαίνεται καὶ αὖθις ἐπὶ ἀτμολούτρου ἐπὶ 2' λεπτά, μεθ' ὃ ψύχεται καὶ ἡ ἀνίχνευσις τῶν ιωδιούχων ἐκτελεῖται ὡς ἀνωτέρῳ ἔξετέμῃ, χρησιμοποιουμένων διὰ τὴν ἀραιώσιν 5 κ. ἑ. τοῦ διηθήματος.

Τὰ ποσὰ τῶν ὄργανικῶν ούσιῶν τὰ ὑπάρχοντα συνήθως εἰς τὰ πόσιμα ὕδατα δὲν ἐπηρεάζουσιν αἰσθητῶς τὴν ἀντίδρασιν, ἐφ' ὅσον αὕτη ἐκτελεῖται εἰς συνήθη θερμοκρασίαν, μὴ ὑπερβαίνουσαν πάντως τοὺς 25°.

Τὰ χρησιμοποιούμενα ἀντιδραστήρια δέον νὰ ὠσιν ἔξηκριβωμένως χημικῶς καθαρά.

Δι' ἀντιπαραβολῆς τῆς λαμβανομένης χροιᾶς πρὸς τοιαύτην διαλύματος γνωστῆς περιεκτικότητος εἰς ιωδιούχα δυνάμεθα νὰ καταλήξωμεν καὶ εἰς ποσοτικὸν κατὰ προσέγγισιν προσδιορισμόν, οὐχὶ βεβαίως μεγάλης ἀκριβείας.

Εἰς ἄλλην μελέτην θὰ ἀνακοινωθοῦν τὰ πορίσματα ἐφαρμογῆς τῆς μεθόδου διὰ τὴν μικροχημικὴν ἀνίχνευσιν ιωδιούχων ἀλάτων εἰς αἷμα, οὖρα, τρόφιμα κτλ.

#### ZUSAMMENFASSUNG

Eine sehr verdünnte, wässrige Jodlösung gibt mit Stärke keine Blaufärbung. Die Reaktion tritt auf, wenn man der Lösung Spuren von Jodiden zusetzt. Es wird folgendes Reagens frisch hergestellt: 0,1 g Jod werden in 10 ccm n/1 NaOH gelöst. 1 ccm dieser Lösung verdünnt man auf 100 ccm mit Wasser. Das Reagens darf mit Stärkelösung keine Blaufärbung geben. Seine Brauchbarkeit stellt man folgendermassen fest: Zu 1ccm Reagens setzt man 3 Tropfen verd. HCl (HCl vom spec. Gew. 1,19, 1:10 verdünnt) 5 ccm Wasser und 2 Tropfen Stärkelösung (1%). Es darf keine Blaufärbung auftreten.

Bei der Ausführung der Reaktion setzt man an Stelle der 5 ccm Wasser, die auf Jodide zu untersuchende Lösung. Es lassen sich nach diesem Verfahren Jodide in Concentration 1:1.000.000 nachweisen. Für den Nachweis von Jodiden im Trinkwasser setzt man zu 20 ccm des zu untersuchenden Wassers einige Tropfen verd. Sodalösung bis zur deutlichen alkalischen Reaktion und dampft auf 10 ccm ein. Man filtriert, setzt zu dem Filtrat verd. Salzsäure bis zur neutralen Reaktion und untersucht wie oben. Durch Vergleich mit Jodidlösungen bekannter Konzentration lassen sich die Mengen grob schätzen.

Das Verfahren soll noch für den mikrochemischen Jodnachweis im Blut, Harn, Nahrungsmitteln usw. ausgearbeitet werden.