

nach Verdünnung filtriert und die beiden Filtrate vereinigt. Aus ihnen läßt sich nun durch Kalilauge Kobalhydroxyd fällen, welches nach gründlichem Waschen durch Abglühen in das Oxyd und durch Reduktion im Wasserstoffstrom in metallisches Kobalt überführbar ist. Durch Auflösen des gewaschenen Oxyds oder des Metalles in Säure und Auskristallisation lassen sich dann nickelfreie Kobaltsalze herstellen, die zur Anstellung der Parallelversuche (siehe oben) erforderlich sind.

### 3. Nachweis von Spuren Schwefelwasserstoff im Wasser.

(Nach Versuchen von Fr. L. WEIDENFELD.)

Zum Nachweis von Spuren Schwefelwasserstoff in Gebrauchswässern wird bekanntlich die Methylenblaureaktion nach E. FISCHER<sup>9)</sup> verwendet, welche in 1 Liter Wasser noch einen Gehalt von 0,018 mg Schwefelwasserstoff durch die Farbstoffbildung aufzufinden erlaubt. Bei Schwefelwasserstoffmengen, die von der obigen Erfassungsgrenze nicht zu weit entfernt sind, ist es stets erforderlich, den Nachweis in einem halben bis einem Liter Wasser zu führen; geringere Mengen können nicht erkannt werden, da ein Einengen sowohl wegen der Verflüchtigung von Schwefelwasserstoff als auch wegen der hierbei erfolgenden Oxydation untunlich ist. Bei getrübbten Wasserproben ist ferner die Erkennung einer geringfügigen Methylenblaubildung naturgemäß erschwert. Es dürfte deshalb der nachfolgend beschriebene Schwefelwasserstoffnachweis von einigem Interesse sein, da er es gestattet, in sehr einfacher Weise noch kleinere Schwefelwasserstoffmengen zu erfassen, als es durch die Methylenblaureaktion möglich ist.

Dem Nachweis liegt die dem sulfidisch gebundenen Schwefel eigentümliche, zuerst von E. RASCHIG<sup>10)</sup> beobachtete, katalytische Beschleunigung der Reaktion  $2\text{NaN}_3 + \text{J}_2 \rightarrow 2\text{NaJ} + 3\text{N}_2$  zugrunde, worüber an anderer Stelle berichtet worden ist. Spuren von Sulfiden setzen die vorstehende, für sich allein nur unmeßbar langsam verlaufende Reaktion in Gang und können durch die Bildung des bei der Katalysenreaktion entstehenden Stickstoffes erkannt werden<sup>11)</sup>. Versucht man, durch unmittelbaren Zusatz einer Natriumazid-Jodjodkalilösung Schwefelwasserstoffsäure im Wasser nachzuweisen, so versagt dieser Nachweis infolge der Verdünnung bereits bei einer Grenzkonzentration 1 : 400.000. Hin-

<sup>9)</sup> Ber., 16, 2234 (1883).

<sup>10)</sup> Ber., 48, 2088 (1915).

<sup>11)</sup> F. FEIGL, Ztschr. f. analyt. Chem., 73, 321 (1928).

gegen läßt sich durch einen einfachen Kunstgriff in noch verdünnteren Lösungen eine Anreicherung des Sulfidschwefels erzielen, und zwar durch Ausschütteln einer Wasserprobe mit einem Tropfen Quecksilber. Durch diese Behandlung bildet sich auf der Oberfläche des Quecksilbers ein bei kleinen Schwefelwasserstoffmengen dem freien und bewaffneten Auge nicht sichtbares Sulfidhäutchen, das aber bereits ausreichend ist, um nach Abgießen des Wassers durch die Azid-Jod-Katalyse erkannt zu werden.

Die Ausführung des Schwefelwasserstoffnachweises ist folgendermaßen vorzunehmen:

10 ccm des zu prüfenden Wassers werden mit einem Quecksilbertropfen in einer mit einem eingeriebenen Stöpsel verschließbaren Hartglaseprouvette geschüttelt; hiernach wird die über dem Quecksilbertropfen stehende Lösung abgegossen und das Quecksilber in einem kleinen Glasschälchen oder auf einem Uhrglas mit Jod-Azid-Lösung überdeckt. Durch das Auftreten von Stickstoffbläschen werden noch  $0,05 \gamma$  Schwefelwasserstoff in 10 ccm Wasser angezeigt. Durch die Methylenblaureaktion lassen sich im gleichen Volumen lediglich  $2,5 \gamma$  Schwefelwasserstoff erkennen.

Noch kleinere Schwefelwasserstoffgehalte können in einer großen Wassermenge erkannt werden, wenn man das Wasser portionenweise mit dem gleichen Quecksilbertropfen ausschüttelt und diesen mit der Jod-Azid-Reaktion prüft.

#### **4. Nachweis von Spuren freien Schwefels in Schwefelkohlenstoff.**

Für den Nachweis von freiem Schwefel in Schwefelkohlenstoff kann das unter 3. beschriebene Verfahren Anwendung finden, das heißt Anreicherung von Schwefel an einem Quecksilbertropfen in Form von Quecksilbersulfid und Identifizierung desselben durch die Jod-Azid-Reaktion. Die Umsetzung von Quecksilbermetall mit in Schwefelkohlenstoff gelöstem Schwefel ist erstmalig von E. OBACH<sup>12)</sup> beobachtet und zum Nachweis von Schwefel in Schwefelkohlenstoff herangezogen worden; bekanntlich erfolgt ja auch die Reinigung des Schwefelkohlenstoffes von darin gelöstem Schwefel durch Ausschütteln mit Quecksilber. Die Bildung von Quecksilber-

---

<sup>12)</sup> Journ. f. prakt. Chem., 18, 258 (1878).