

Das Sulfat, $(C_{10}H_6NH_2COOH)_2H_2SO_4$, krystallisirte gleichfalls in wohl ausgebildeten, fast farblosen Nadeln. Getrocknet bei 100° lieferte es 20.8 pCt. Schwefelsäure (berechnet 20.8 pCt.).

Das Calciumsalz, $(C_{10}H_6NH_2COO)_2Ca + 4H_2O$, krystallisirte in kurzen lilafarbigen Prismen oder Nadeln, leichtlöslich in Wasser. Das zwischen Löschpapier getrocknete Salz verlor beim Erhitzen auf 130° 15 pCt. Wasser (berechnet 14.9 pCt.). Der Rückstand gab 9.8 pCt. Calcium (berechnet 9.7 pCt.).

Die drei oben genannten Mononitro- β -naphtoësäuren sind im äusseren Habitus und Schmelzpunkt einander ziemlich gleich. Der Unterschied tritt mehr bei ihren Derivaten, wie den Aethern und den Amidosäuren, hervor.

Ob eine Mononitrosäure vom Schmelzpunkt 220° , wie ich früher¹⁾, oder 228° , wie Küchenmeister²⁾ angegeben, in dem von mir dargestellten Nitrirungsprodukte enthalten war, habe ich bis jetzt nicht constatiren können, beabsichtige aber die Untersuchung etwas weiter fortzuführen und die Resultate an einer anderen Stelle ausführlicher darzulegen.

Schliesslich sage ich Herrn Edw. Abery meinen besten Dank für die Unterstützung, die er mir bei der Darstellung der β -Naphtoësäure hat angedeihen lassen.³⁾

Upsala, Universitätslaboratorium, April 1885.

115. Edward Divers und Masachika Shimose: Ueber eine neue und einfache Methode der quantitativen Trennung von Tellur und Selen.

(Mittheilung aus dem Kaiserl. Japanischen Polytechnikum in Tokio.)

(Eingegangen am 27. April; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Selen und Tellur sind ganz verschieden von einander in ihrem Verhalten gegen schwefelige Säure bei Anwesenheit von Schwefelsäure und Abwesenheit von Salzsäure. Unter leicht inne zu haltenden Bedingungen wird das ganze Selen gefällt, ohne dass eine Spur Tellur ihm anhängt. Die Lösung der oxydirten Elemente in concentrirter

¹⁾ Diese Berichte XII, 1395.

²⁾ Diese Berichte III, 739. Bull. de la société chim. [2] 14, 413.

³⁾ Den Farbwerken vormals Meister, Lucius und Brüning in Höchst und der Badischen Anilin- und Sodafabrik in Ludwigshafen bin ich für ihre bereitwillige Ueberlieferung von grösseren Partien des β -naphtalinsulfonsauren Natriums zu Dank verpflichtet.

Schwefelsäure, zu der die Lösung der schwefeligen Säure zugefügt wird, muss unverdünnt oder nur wenig verdünnt sein. Dennoch muss eine gewisse Verdünnung der Lösung statthaben, um die Fällung vollständig zu machen; dies wird aber am einfachsten und sichersten durch die Schwefligsäurelösung selbst bewirkt. Heinrich Rose erwähnt in Zeitschr. anal. Ch. 1, 73 die unvollständige Fällung des Selen durch schweflige Säure in Gegenwart von verdünnter Schwefelsäure und in Uebereinstimmung mit ihm finden wir, dass die Fällung des Selen unvollständig ist, wenn man die Schwefelsäure nicht genügend concentrirt nimmt.

Wir wandten bei unseren Versuchen Tellur und Selen an, die beide sorgfältig gereinigt waren. Das erstere gab keine Spur Selen an eine Cyankaliumlösung, und das letztere löste sich in dieser Lösung in der Wärme ohne Rückstand auf. Gewogene Mengen wurden zu den Versuchen gemischt, nach dieser Methode getrennt, wieder gewogen, und auf ihre Reinheit mit dem oben angegebenen Reagens geprüft. Wir führen die bei zwei Versuchen angewendeten und wieder erhaltenen Mengen hier an. Die Genauigkeit der Methode wurde ferner durch qualitative Proben bestätigt.

	I.	II.
Tellur genommen	0.3115 g = 44.61 pCt.	0.2515 g = 42.55 pCt.
Selen »	0.3867 g = 55.39 »	0.3395 g = 57.45 »
Tellur gefunden	0.3107 ¹⁾ g = 44.50 »	0.2513 g = 42.52 »
Selen »	0.3865 g = 55.35 »	0.3395 g = 57.45 »

Das Verfahren im Einzelnen ist folgendes, wobei Tellur und Selen als im freien Zustande vorausgesetzt sind. Das Gemenge wird mit concentrirter Schwefelsäure in einem bedeckten Becherglase erhitzt, bis es ganz zu einer farblosen Lösung oxydirt ist. Dabei scheidet sich etwas weisses Tellursulfat ab. Das Erwärmen muss fortgesetzt werden, bis jede Spur schwefliger Säure verjagt ist, da sonst etwas Selen ausfällt, wenn die Lösung mit Wasser verdünnt wird, was jedoch ohne Bedeutung ist, wenn andere unlösliche Substanzen anwesend sind.

Die Löslichkeit beider Substanzen in Schwefelsäure vor der Oxydation unterstützt den Process sehr, welcher überdies über die Bildung der Dioxyde nicht herausgeht, ein Punkt, der für die nun folgende Reduktion wesentlich ist. Schwefelsäure ist daher entschieden der Salpetersäure als Oxydationsmittel vorzuziehen. (Man kann aber auch die letztere Säure gebrauchen, wenn man will. Auf die Oxydation muss dann die Verdunstung des Ueberschusses der Salpeter-

¹⁾ Bei dieser Bestimmung riss das Filter.

säure, Erwärmung mit Salzsäure zur Reduktion der Trioxyde, und zuletzt Erwärmung mit Schwefelsäure zur Vertreibung der Salzsäure folgen.) Dann fügt man zu der concentrirten Schwefelsäurelösung allmählich eine mässig starke Lösung von schwefliger Säure, bis das Volumen ungefähr auf das Fünffache gebracht ist. Dabei fällt fortwährend rothes Selen aus. Die Fällung ist beendet, wenn das Volumen der Schwefelsäure etwa vier Mal grösser geworden ist. Man digerirt einige Zeit auf dem Sandbade. Der Niederschlag wird bald dunkler und dicht, ohne sich jedoch in schwierig auszuwaschende Massen zusammenzuballen, wie das bei der gewöhnlich angewandten Methode des Erwärmens mit Salzsäure geschieht. Nachdem man noch etwas verdünnt hat, um das Filter zu schützen, wird der Niederschlag auf einem tarirten Filter ausgewaschen, getrocknet und gewogen, und kann noch auf Tellur geprüft werden.

Das Filtrat wird mit Salzsäure und mehr schwefliger Säure erhitzt, und dann das Tellur in gewöhnlicher Weise niedergeschlagen. Es kann auf Selen geprüft werden, und die Mutterlauge kann man mit Schwefelwasserstoff behandeln, um die Abwesenheit beider Elemente in derselben darzuthun.

Man wird erkennen, dass die hier beschriebene Methode viel einfacher, als die Cyankalium-Methode ist. Die bei derselben vorhandenen Schwierigkeiten sind wohl bekannt, der eine von uns hat in den »Chemical News« 49, 26¹⁾ eine andere Schwierigkeit erwähnt. Eine heisse Lösung von Cyankalium löst etwas Tellur auf, von welchem nämlich ein Theil durch Salzsäure wieder fällbar ist, während ein anderer Theil des Tellurs, wie schon bekannt war, nach Zusatz von Salzsäure erst durch schweflige Säure gefällt wird.

¹⁾ Nachdem diese Mittheilung in den »Chemical News« gemacht worden war, haben wir gefunden, dass H. Rose dasselbe gefunden und in seiner »Quantitativen Analyse« veröffentlicht hat; es scheint aber wenig bekannt geworden zu sein, denn Tellurocyanate werden nirgends als existirend angeführt.
