

507. Emanuel Glatzel: Darstellung von Mangan aus Manganchlorür und Magnesium.

(Eingegangen am 28. October.)

Zur Herstellung des Mangans dienten bisher folgende Methoden: 1) die Reduction der Manganoxyde mit Kohle bei sehr hoher Temperatur, 2) die Behandlung des entwässerten Manganchlorürs oder Manganfluorürs mit Natrium, 3) die Destillation von Manganamalgam und 4) die Elektrolyse von Manganchlorür.

Ich habe es versucht, das Mangan aus entwässertem Manganchlorür, welches mit Chlorkalium vermengt eingeschmolzen wurde, und Magnesium darzustellen, und es ist mir auf diese Weise gelungen, das Mangan schnell, sicher, in wohlgeschmolzenem Zustande und fast völlig rein zu erhalten.

Bei der Herstellung verfähre ich wie folgt: Ich entwässere mir zunächst das krystallisirte Manganchlorür in einer Porzellanschale durch Erhitzen, pulverisire die erhaltene Masse und mische 100 g des Pulvers mit 200 g gut getrocknetem und zerkleinertem Chlorkalium innig zusammen. Dieses Gemenge schütte ich darauf in einen hessischen Tiegel, stampfe dasselbe etwas zusammen, bedecke den Tiegel lose mit einem Deckel und schmelze dann die Masse in einem Windofen ein. Hierzu ist nur eine mässige Hitze erforderlich. Sobald der Inhalt des Tiegels eben geschmolzen ist, sich aber derselbe auf keinen Fall bereits so hoch erhitzt hat, dass er in weissen Nebelmassen zu verdampfen beginnt, nehme ich den Deckel ab und werfe in 4 bis 5 Portionen 15 g Magnesium in Stückform (jedes Stück also ca. 3 bis 4 g schwer) in Zwischenräumen von 2—3 Minuten hinein. Das Magnesium taucht nach kurzer Zeit in die geschmolzene Masse unter, und es vollzieht sich die Einwirkung desselben auf das Manganchlorür grösstentheils ohne jegliches Geräusch, manchmal aber auch unter Gekreisch. War der Tiegel von vornherein so hoch erhitzt, dass die Schmelze bereits in weissen Nebelmassen zu verdampfen beginnt, so erfolgt beim Hineinwerfen des Magnesiums in diese überhitzte Masse die Reaction unter Gepolter so heftig, dass der gesammte Inhalt des Tiegels herausgeschleudert wird. In diesem Falle lasse ich daher den Tiegel zunächst so weit abkühlen, bis sich die Masse in demselben wieder in ruhigem Fluss und dunkler Rothgluth befindet und setze dann erst das Magnesium hinzu. Nach erfolgter Einwirkung des Magnesiums auf die im Tiegel enthaltene Masse bedecke ich den

Tiegel wieder mit dem Deckel, gebe darauf scharfes Feuer und überlasse den Tiegel nunmehr sich selbst, bis der Ofen völlig abgekühlt ist. War die durch das Scharffeuer erzeugte Hitze im Ofen nicht zu hoch, so findet man beim Zerschlagen des Tiegels am Boden desselben einen wohlgeflossenen Regulus unter einer Schlacke vor, welche oben rosa, nach unten aber grauschwarz gefärbt ist und aus Chlorkalium sowie unzersetztem, überschüssig angewendeten Manganchlorür und aus Metallkügelchen besteht, welche mit dem Regulus nicht zur Vereinigung gelangt sind; war die Hitze im Ofen jedoch sehr hoch, so ist das Chlorkalium nebst dem unzersetzten Manganchlorür völlig verdampft und der Regulus findet sich oberflächlich etwas oxydirt ohne Schlackenbedeckung vor. In letzterem Falle ist die Ausbeute grösser, da hierbei gesonderte Metalltheilchen nicht auftreten, sondern alles Mangan zu einem einzigen Stück vereinigt ist. Bei Anwendung der angegebenen Mengen Manganchlorür, Chlorkalium und Magnesium erhält man 20—25 g Mangan.

Das so dargestellte Mangan lässt sich durch einen einzigen, kräftigen Hammerschlag in mehrere Stücke zertheilen. Diese sind auf den frischen Bruchflächen, welche uneben sind, weissgrau und metallisch glänzend. In einer, mit einem Glasstöpsel versehenen Flasche aufbewahrt, erhält sich der metallische Glanz mehrere Monate lang. An feuchter Luft liegend werden die Bruchflächen schwach bräunlich gefärbt. Die Stücke sind so hart, dass eine gute Stahlfeile auf sie ohne Einwirkung ist. Ein Hufeisenmagnet, welcher mit Leichtigkeit ein Kilogramm Eisen zu tragen im Stande ist, übt selbst auf die kleinsten Splitter des Mangans keine Einwirkung aus. Schwefelsäure, Salzsäure und Salpetersäure lösen das Metall sehr leicht auf. Zwei Proben hinterliessen hierbei Kieselsäure, andere nur Spuren von schwarzen Flocken. Diejenigen Proben, welche bei ihrer Lösung in Säuren einen Kieselsäuregehalt aufwiesen, unterschieden sich schon äusserlich dadurch von den anderen, dass sie weit spröder als diese waren und muscheligen Bruch zeigten. Drei Proben wurden auf ihren Magnesiumgehalt untersucht, derselbe erwies sich in allen drei Fällen als minimal.

Die sehr verschiedenen Angaben über das specifische Gewicht des Mangans veranlassten mich, dasselbe mit den besten erhaltenen Proben zu bestimmen. Die hierbei erhaltenen Resultate sind in folgender Tabelle zusammengestellt:

1.	2.	3.	4.	5.
Gewicht des Mangans in der Luft bei 22° C.	Gewicht des Mangans im Wasser von 22° C.	Aus 1 u. 2 berechnetes Gewicht eines gleichen Volumens Wasser von 22° C.	Aus 1 u. 3 berechnetes spezifisches Gewicht des Mangans bei 22° C.	Mittleres aus 4 berechnetes spezifisches Gewicht des Mangans bei 22° C.
1. 2.2563 g	1.9521 g	0.3042 g	7.4171	
2. 2.4590 »	2.1270 »	0.3320 »	7.4066	
3. 2.0562 »	1.7775 »	0.2787 »	7.3778	7.3921
4. 2.6521 »	2.2921 »	0.3600 »	7.3669	

Ich fand also für das Mangan bei einer Temperatur von 22° C. ein mittleres spezifisches Gewicht von 7.3921. Bergmann giebt dasselbe zu 7.0, Hjelm zu 7.0, John zu 8.01, Loughlin zu 7.84 bis 7.99 und Brunner zu 7.138 bis 7.206 an.

Breslau, im October 1889. Laboratorium der Königl. Oberrealschule.

508. Th. Poleck: Ueber Oxysulfide des Quecksilbers.

[Mittheilung aus dem pharmaceutischen Institut der Universität zu Breslau.]

(Eingegangen am 30. October.)

In meiner mit C. Goercki¹⁾ gemeinschaftlich ausgeführten Untersuchung »über neue Sulfochloride des Quecksilbers« bemerkte ich am Schluss:

»Alle Sulfochloride des Quecksilbers werden durch Kaliumhydroxyd schon bei gewöhnlicher Temperatur, rascher jedoch bei 100° zersetzt. Sie nehmen, auch die weisse Verbindung, eine tief schwarze Farbe an und das ganze Chlor der Verbindung befindet sich in der Lösung. Salzsäure entzieht dem schwarzen Körper Quecksilberoxyd. Es entsteht nun die Frage, ob das Kaliumhydroxyd die Verbindung vollständig zersetzt, so dass der schwarze Körper als ein Gemisch von Quecksilbersulfid und -oxyd anzusehen ist, oder ob nur Chlor gegen Sauerstoff ausgewechselt wird und wir hier entsprechende Oxysulfide, n Hg S. Hg O, zu sehen haben, wofür die tief schwarze

¹⁾ Diese Berichte XXI, 2412.