

**200. W. Muthmann: Ueber die Reindarstellung
von Rubidiumsalsen.**

(Eingegangen am 20. April; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

Während wir in der Godeffroy'schen Methode ein sehr gutes Mittel zur Trennung des Cäsiums von den übrigen Alkalimetallen besitzen, fehlt ein solches eigentlich noch für das Rubidium. Bisher war man genöthigt, das noch mit Kaliumsals gemischte Rubidiumpräparat zunächst in den Alaun, das Platindoppelsals oder das saure Tartrat überzuführen und die genannten Sals durch Umkrystallisiren vom Kalium zu trennen. Abgesehen davon, dass diese Methoden etwas umständlich sind, führen sie auch nothwendigerweise einen gewissen Verlust an Material herbei und möchte ich kurz ein etwas schneller und mindestens ebenso sicher zum Ziele führendes Verfahren zur Reinigung von Rubidiumsalsen mittheilen.

Die »reinen« Rubidiumsals des Handels sind immer mit etwas Kalium und Cäsium gemengt, diese Verunreinigungen sind mit dem Spectralapparat sehr schwer nachzuweisen, und gelingt es nur bei ganz gespannter Aufmerksamkeit und Anwendung eines vorzüglichen Apparates, Cäsium in einem Rubidiumchlorid nachzuweisen, wenn von ersterem nur Bruchtheile eines Procentes vorhanden sind. In noch höherem Maasse gilt dies vom Kalium; ein Rubidiumpräparat kann mehrere Procente Kalium enthalten, ohne dass es gelingt, das letztere mittels der gewöhnlich benutzten Spectralapparate zu erkennen. Ich habe in dieser Hinsicht dieselbe Erfahrung gemacht wie O. Pettersson¹⁾; derselbe schreibt: »Bei Spectralapparaten, die kein ganz ausserordentliches Brechungsvermögen besitzen, fallen die Linien vom Kalium und Rubidium so nahe aneinander, dass es vollkommen unmöglich ist, kleine Mengen Kaliumsals neben viel Rubidium zu erkennen«. Das einzige Mittel, die völlige Reinheit eines der seltenen Alkalimetalte darzuthun, ist die Analyse, und habe ich bei meinen Arbeiten vor Verwendung der betreffenden Chloride immer eine sorgfältige Chlorbestimmung ausgeführt.

Um das käufliche Rubidiumchlorid zu reinigen, verfuhr ich folgendermaassen: 30 g des Salses wurden in 250 ccm ganz concentrirter Salzsäure gelöst und die Flüssigkeit mit einer Lösung von 2½ g Antimontrichlorid in concentrirter Salzsäure versetzt. Es entstand ein geringer Niederschlag, der beim Stehen sich vermehrte und krystallinisch wurde, er bildete sehr feine Blättchen, die aus einem Gemisch von RbSbCl_4 und CsSbCl_4 bestanden. Dieser Niederschlag, dessen Menge etwa 1.4 g betrug, wurde durch ein Asbestfilter abge-

¹⁾ Nova Acta Soc. Scient. Upsaliensis Ser. III, Vol. IX, Fascic I, 4. Abhdlng., pag. 26.

saugt und nach Entfernung des Antimons mit Schwefelwasserstoff spectralanalytisch untersucht; die Cäsiumlinien waren aufs deutlichste wahrzunehmen, obwohl das Auftreten derselben bei der Untersuchung des ursprünglichen Salzgemisches nicht mit Sicherheit hatte constatirt werden können.

Die von dem Niederschlag abfiltrirte Flüssigkeit wurde fast zur Trockne eingedampft, das in derselben noch enthaltene Antimon mit Schwefelwasserstoff entfernt und das Salzgemisch wiederum mit concentrirter Salzsäure aufgenommen. Zu dieser Flüssigkeit wurde dann eine salzsaure Lösung von Zinnchlorid zugefügt, und zwar etwas mehr, als zur Bildung des Doppelchlorides Rb_2SnCl_6 nöthig war. Das Rubidium fällt dann fast quantitativ in Form eines äusserst feinen, lange suspendirt bleibenden Niederschlages aus, während das Kalium als K_2SnCl_6 in Lösung bleibt. Man lässt den Niederschlag absitzen, was einige Tage dauert, hebert die überstehende Flüssigkeit ab, giebt wieder concentrirte Salzsäure hinzu und wäscht so einige Male durch Decantation aus. Schliesslich saugt man den Niederschlag durch ein Asbestfilter ab, nimmt mit Wasser auf und entfernt das Zinn mit Schwefelwasserstoff. Das so gewonnene Chlorrubidium war sehr rein und kann ich die Methode empfehlen; eine mit 0.44 g ausgeführte Chlorbestimmung ergab 29.30 pCt. Cl; berechnet 29.34 pCt.

München, Laboratorium des mineralogischen Instituts.

201. W. Schlömann: Ueber Reactionen der Metaphosphorsäure mit organischen Basen.

[Aus der chemischen Abtheilung des physiologischen Instituts zu Berlin.]
(Eingegangen am 22. April; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

Im Verlauf einer Untersuchung über die in den Nucleinsäuren enthaltene Verbindungsart des Phosphors stellte es sich als wünschenswerth heraus, die Salze der Metaphosphorsäure mit organischen Basen kennen zu lernen und ich habe es daher auf den Vorschlag des Hrn. Prof. A. Kossel, dem ich für die Ueberlassung dieses Themas meinen besten Dank sage, unternommen, die genannten Salze näher zu untersuchen.

Von den bisher bekannten Verbindungen der Metaphosphorsäure mit organischen Basen sind vorzugsweise zu nennen:

Anilinmetaphosphat, $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2\text{HPO}_3$,
(amorph) dargestellt von Nicholson¹⁾ aus glasiger Phosphorsäure und Anilin in ätherischer und alkoholischer Lösung.

¹⁾ Ann. d. Chem. 59, 221.