

lösen in verdünnter Natronlauge und Fällern mit Essigsäure gereinigt wurden.

Das Phenolnaphtaleinoxim bildet ein kaum gefärbtes krystallinisches Pulver und schmilzt bei 220°.

Das Phenolnaphtaleinoxim ist unlöslich in Wasser, wenig löslich in Eisessig, noch weniger in Alkohol. Es löst sich in Alkalien mit gelbbrauner Farbe.

Analyse: Ber. für  $C_{24}H_{17}O_4N$ .

Procente: N 3.65.

Gef. » » 3.30.

Rom, Istituto Chimico della R. Università, April 1895.

**205. P. Jannasch und E. v. Cloedt: Ueber quantitative Metalltrennungen in alkalischer Lösung durch Wasserstoffsuperoxyd.**

[XI. Mittheilung].

(Eingegangen am 28. April).

Die Trennung des Wismuths, Bleis und Mangans von Quecksilber.

1. Trennung von Wismuth und Quecksilber.

Die quantitative Trennung der oben genannten Metalle erfolgte im Allgemeinen nach den schon in früheren Abhandlungen ausführlich besprochenen Grundlagen, im Besondern nach den in allerletzter Zeit gewonnenen Erfahrungen<sup>1)</sup>. Als Ausgangspunkt für 1) verwendeten wir reines metallisches Wismuth und Quecksilberoxyd. Die davon abgewogenen Mengen werden in einer Porzellanschale (bedeckt) mit 10 ccm conc. Salpetersäure und 50 ccm Wasser auf dem Wasserbade bis zur vollständigen Lösung erwärmt, worauf man diese Flüssigkeit in eine Mischung von 25—30 ccm conc. Ammoniak, 25 ccm 3—4 proc. Wasserstoffsuperoxyd und 50 ccm Wasser langsam eingießt. Unter lebhaftem Aufbrausen von entweichendem Sauerstoffgas fiel das Wismuth als fahlgelber flockiger Niederschlag von Hyperoxydhydrat aus, der sich rasch zu Boden setzte. Derselbe wurde später auf dem Filter mit verdünnter erwärmter Salpetersäure aufgelöst, nochmals wie vorhin gefällt, filtrirt und im Platintiegel als Wismuthoxyd gewogen (cf. a. a. O. S. 2228).

Da wir zur Fällung des Wismuths ein durch Destillation im luftverdünnten Raume gereinigtes Wasserstoffsuperoxyd<sup>2)</sup> genommen hatten,

<sup>1)</sup> Diese Berichte 27, 2227 u. Zeitschr. f. anorg. Chem. 8, 302.

<sup>2)</sup> Wolfenstein, diese Berichte 27, 3307.

kam jede Correctur für Kieselsäure, Thonerde etc. in Wegfall. Trotz alledem müssen wir rathen, das reine Wasserstoffsuperoxyd möglichst frisch zu verbrauchen, da dessen Lösungen beim längeren Stehen empfindliche Glassorten etwas anzugreifen scheinen und alsdann von Neuem kieselsäurehaltig werden.

Bei äusserst sorgfältiger Auswaschung der ersten Wismuth-Abscheidung genügt übrigens eine einmalige Fällung zur Erzielung einer genauen Trennung. Wir haben das in ein paar speciellen Fällen sicher bewiesen, wo in dem Filtrate der zweiten Wismuthfällung durch Schwefelwasserstoff nicht der geringste Niederschlag von Quecksilbersulfid entstand. —

Zur Bestimmung des Quecksilbers dampft man alles ammoniakalische Filtrat bis zur völligen Vertreibung des überschüssigen Ammoniaks ein, säuert darauf mit Schwefligsäure kräftig an, giebt die Flüssigkeit in ein grösseres Becherglas, verdünnt sie auf wenigstens 300 ccm und fällt schliesslich bei mässiger Wärme mit Schwefelwasserstoff. Die weitere Behandlung des erhaltenen Quecksilbersulfids, sowie dessen Wägung erfolgt in üblicher Weise.

Analyse:  $0.4047 \text{ g Bi} + 0.3834 \text{ g Hg O} = 0.7881$  angewandte Substanz gaben  $= 0.4529 \text{ g Bi}_2\text{O}_3 = 0.4062 \text{ g Bi}$  und  $0.4110 \text{ g Hg S} = 0.3826 \text{ g Hg O}$ . Auf  $0.7881 \text{ g}$  angewandte Substanz berechnet, erhält man hieraus  $= 100.19 \text{ pCt. Bi}$  und  $99.90 \text{ pCt. Hg O}$ . —

## 2. Trennung von Blei und Quecksilber.

Die Trennung wurde, wie bei 1) durch Eintragen der salpetersauren Nitratlösung beider in die ammoniakalische Oxydationsflüssigkeit ausgeführt, und gelangten wir auch hier zu recht günstigen Resultaten. Zu beobachten ist bei dieser Fällung, dass man den Bleiniederschlag einige Zeit ( $1/2$ —1 Stunde) unter wiederholtem Umrühren stehen lässt, bevor man filtrirt, weil sonst Spuren von Blei gelöst bleiben können. Man filtrirt nunmehr das Bleihydroxydhydrat ab, wäscht es mit kaltem Wasser genügend aus, löst den Niederschlag in verdünnter Salpetersäure (in Summa 10 ccm conc. Säure entsprechend) unter gleichzeitigem Zusatz von Wasserstoffsuperoxyd direct auf dem Filter<sup>1)</sup> und fällt nochmals unter den gleichen Verhältnissen. Ueber die Einzelheiten der nun folgenden Wägung des Bleis als Bleioxyd im Platintiegel vergleiche die eingangs citirten Abhandlungen.

Analyse:  $0.3952 \text{ g Pb (NO}_3)_2 + 0.3714 \text{ g Hg O}$  gaben  $= 0.2672 \text{ g Pb O} = 0.3967 \text{ g Pb (NO}_3)_2$  und  $0.4016 \text{ g Hg S} = 0.3738 \text{ g Hg O}$ , welche Werthe, auf  $0.7666 \text{ g}$  angewandte Substanz bezogen  $= 100.19 \text{ pCt. Pb (NO}_3)_2$  und  $100.30 \text{ pCt. Hg O}$  liefern. —

## 3. Trennung von Mangan und Quecksilber.

Die Trennung des Mangans von dem Quecksilber geht überraschend leicht von statten, was deshalb bemerkenswerth erscheint,

<sup>1)</sup> cf. Zeitschr. f. anorg. Chem. 8, 306.

als gerade dieses Element in Folge der mitreissenden Eigenschaften seines Hyperoxyds einen glatten Gang der Analyse nur allzugern vereitelt. Hier nahmen wir als Ausgangsmaterial Manganammonsulfat und Quecksilberoxyd. Es wurden je 0.3—0.4 g Substanz mit 50 ccm Wasser und 10 ccm conc. Salpetersäure gelöst und diese Flüssigkeit in eine Mischung von 30 ccm Wasserstoffsuperoxyd, 30 ccm conc. Ammoniak und 50 ccm Wasser eingetragen. Nachdem man jetzt  $\frac{1}{2}$  Stunde bedeckt auf dem Wasserbade erhitzt hat, filtrirt man den schön abgelagerten Niederschlag, was sehr leicht und rasch gelingt, und wäscht denselben zunächst mit einer Mischung von Wasser, Ammoniak und Wasserstoffsuperoxyd, am Ende nur mit erwärmtem Wasser aus. Bei strenger Befolgung der angegebenen Vorschriften und recht sorgfältiger Auswaschung reicht eine einmalige Abscheidung des Mangans vollkommen hin. Hält man noch eine zweite Fällung für nöthig, so löst man den Niederschlag zu diesem Zweck direct auf dem Filter wie bei 2) in einem Gemisch von verdünnter Salpetersäure und Wasserstoffsuperoxyd. Der Niederschlag kann feucht, resp. etwas vorgetrocknet im Porzellan- oder Platintiegel verascht werden. Man zerdrücke sorgfältig die gröbereren Theilchen und glühe bis zur Gewichtsconstanz.

Die Bestimmung des Quecksilbers im Manganfiltrat geschah wie bei 1). —

Analyse: 0.4028 g  $\text{Mn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 0.2947 g  $\text{HgO}$  gaben 0.0782 g  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  = 0.0727 g  $\text{MnO}$  = 0.4009 g  $\text{Mn}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  und 0.3155 g  $\text{HgS}$  = 0.2937 g  $\text{HgO}$ , welche Werthe, auf 0.7075 g angewandte Substanz berechnet = 99.74 pCt. Bi und 99.86 pCt.  $\text{HgO}$  ergeben.

Gegenwärtig beschäftigen uns die quantitativen Trennungen des Mangans, Aluminiums und Eisens von Chrom.

Heidelberg, Univ.-Laborat., April 1895.

## 206. E. Divers und T. Haga: Ueber Kaliumnitrososulfat (stickoxydschwefligsaures Kali).

(Eingegangen am 18. April.)

Hantzsch hat kürzlich in diesen Berichten die Ansicht ausgedrückt, dass zwei verschiedene Kaliumnitroxysulfite existiren, das eine sei das Nitrosulfat von Pelouze (das Nitrososulfat von Henry Watts und von uns), das andere Salz sei von Raschig und auch von ihm selbst erhalten worden. Wir können diese Ansicht aus Gründen, die wir hier auseinander setzen wollen, nicht theilen.

Vor allem ist Hantzsch im Irrthum, wenn er glaubt, dass Pelouze die Nitrososulfate durch Baryumsalze fällbar fand. Dieser