

eingeleitet. Dabei wurde die Temperatur immer unterhalb 25° gehalten und von Zeit zu Zeit kräftig umgeschüttelt. Die Reduction scheint durch intensive Belichtung des Gemisches befördert zu werden und liess sich gut verfolgen, da die gelben Nadelchen des Nitrilammoniums mit ihrem Fortschreiten allmählich durch die dunklen Kryställchen des Ammoniummetapurpurates ersetzt wurden. Als sie vollendet war, wurde das Reactionsproduct abgesaugt; es stellte ein mit Schwefel untermischtes, dunkelgrünes, metallisch glänzendes Krystallpulver dar, das alle Eigenschaften des metapurpursäuren Ammoniums besass.

Zur Reinigung wurde es unter Zusatz von etwas Ammoniak einmal aus möglichst wenig warmem Wasser umkrystallisirt, dann in eiskaltem Wasser suspendirt und mit wässriger schwefliger Säure zerlegt. Die Metapurpursäure fiel als voluminöser, dunkelrother Niederschlag aus. Sie wurde nach dem Auswaschen und Trocknen mit folgendem Resultat analysirt:

0.1056 g Sbst.: 0.1682 g CO<sub>2</sub>, 0.0284 g H<sub>2</sub>O. — 0.1121 g Sbst.: 21.9 ccm N (26°, 750 mm).

C<sub>7</sub>H<sub>5</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>. Ber. C 43.04, H 2.58, N 21.58.

Gef. » 43.44, » 3.01, » 21.39.

### 533. B. Glassmann: Zur quantitativen Trennung des Berylliums von Aluminium.

[II. Mittheilung.]

(Eingeg. am 1. October 1906; mitgeth. i. d. Sitzung von Hrn. F.W. Hinrichsen.)

Behufs Darstellung von Berylliumpräparaten aus der Beryllerde war es nöthig, eine bequeme quantitative Trennungsmethode des Berylliums von Aluminium auszuarbeiten; denn die zur Zeit in der Literatur bekannten Trennungsmethoden, wie z. B. die durch Behandlung der beiden durch Ammoniak gefällten Hydroxyde mit Ammoniumcarbonat, wobei das Berylliumhydroxyd in Lösung geht, oder die Methode von Havens<sup>1)</sup>, beruhend auf der Löslichkeit von Chlorberyllium in einer Mischung gleicher Raumtheile von concentrirter wässriger und ätherischer Chlorwasserstofflösung, ferner die Trennungsmethode von Penfold und Harper<sup>2)</sup> durch Alkalien haben sämmtlich nur einen qualitativen Werth.

<sup>1)</sup> Zeitschr. f. anorgan. Chem. 16, 15 [1898].

<sup>2)</sup> Crookes, Select. Methods resp. Ausgew. Kapitel der anal. Chem. von Classen, Bd. II, 717.

## Eigene Methode.

Die von mir aufgefundene quantitative Trennungsmethode des Berylliums von Aluminium basirt auf Folgendem: Versetzt man die Lösung eines Berylliumsalzes mit Natriumthiosulfat und erhitzt zum Sieden, so trübt sich die Flüssigkeit durch den ausgeschiedenen Schwefel, das Beryllium bleibt aber, auch bei anhaltendem Kochen, als Sulfit resp. basisches Sulfit in Lösung, das Aluminium dagegen wird, wie bekannt, bei dieser Operation quantitativ als Hydroxyd gefällt, sodass sich hiernach die Trennung wie folgt gestaltet:

Man neutralisirt die chlorwasserstoffsäure oder schwefelsäure Lösung der Oxyde annähernd mit Natriumcarbonat, fügt einen Ueberschuss einer Lösung von Natriumthiosulfat hinzu, kocht über dem Drahtnetz bis der Geruch nach schwefliger Säure verschwunden ist, und erhitzt sodann weiter eine halbe Stunde auf dem Wasserbade. Die mit Schwefel vermengte Thonerde wird gewaschen und geglüht. Im Filtrate fällt man, nach vorheriger Zersetzung des überschüssigen Thiosulfats mit Salzsäure, das Beryllium mit Ammoniak, oder besser durch das in der folgenden Abhandlung beschriebene Jodid-Jodat-Gemisch.

Die Resultate sind recht gute, wie die folgenden Bestimmungen zeigen. Es wurden abgemessene Mengen einer Berylliumsulfat- und Aluminiumsulfat-Lösung, deren Gehalt durch mehrere sorgfältig ausgeführte Fällungen mit Ammoniak bestimmt war, mit 100 ccm Wasser verdünnt, mit einer 5-procentigen Natriumthiosulfatlösung gefällt und wie oben angegeben behandelt.

Angewandt		Gefunden		Differenz	
BeO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BeO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BeO
g	g	g	g	mg	mg
0.2482	0.2364	0.2368	0.2487	+ 0.4	+ 0.5
0.2482	0.2364	0.2361	0.2485	- 0.3	+ 0.3
0.1241	0.1182	0.1186	0.1243	+ 0.4	+ 0.2
0.1241	0.1182	0.1189	0.1240	+ 0.7	- 0.1
0.3723	0.3546	0.3549	0.3728	+ 0.3	+ 0.5

Odessa, den 20. August 1906.      Wissenschaftliches Privatlaboratorium des Verfassers.