

Über die
Löslichkeit des Quecksilbersulfids in den
Sulfiden der Alkalimetalle und der
alkalischen Erden und die Erzeugung
von krystallisirtem Zinnober.

Von

Dr. L. L. de Koninck.

Das Quecksilbersulfid ist leicht löslich in concentrirten Lösungen von Natriumsulfid und Kaliumsulfid, nicht blos in Gegenwart von Alkalihydrat, sondern auch bei vollständiger Abwesenheit einer derartigen Verbindung. Es ist unlöslich in Ammoniumsulfid. Die Lösungen der Sulfide des Calcium, Strontium oder Baryum lösen es auch. Die sauren Sulfide oder Sulfhydrate, wie NaHS , lösen es nicht.

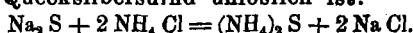
Wird Wasser in grösserer Menge einer Quecksilber-Alkali-Sulfidlösung zugesetzt, so bildet sich ein Niederschlag von Quecksilbersulfid, weil ohne Zweifel ein Theil des Alkalisulfids sich zersetzt unter Bildung von Hydrat und Sulfhydrat.



Die Gegenwart von Alkalihydrat, indem dies die Gleichgewichtsverhältnisse zur Zersetzung der Flüssigkeit ändert, steht dieser Umsetzung entgegen und verhindert die Fällung des Quecksilbersulfids; d. h. ohne nöthig zu sein für die Lösung des Quecksilbersulfids in den Alkalisulfiden, begünstigt es diese Lösung beträchtlich.

Jede für die Zersetzung der Alkalisulfide geeignete Reaction veranlasst die Fällung von Quecksilbersulfid aus dessen Lösung. Alle Säuren erzeugen folglich diese Fällung; selbst Schwefelwasserstoff ruft dieselbe hervor, indem es die neutralen Sulfide in Sulfhydrate überführt.

Chlorammonium wirkt ebenso; thatsächlich veranlasst es die Überführung des Metallsulfids in Ammoniumsulfid, in welchem das Quecksilbersulfid unlöslich ist:



Wenn die Zersetzung des Alkalisulfids oder des Sulfids der alkalischen Erde sich rasch vollzieht, so ist das niedergeschlagene Quecksilbersulfid amorph und schwarz; wenn die Zersetzung langsam erfolgt, so ist das Sulfid krystallisirt roth; es ist Zinnober.

Ich habe in dieser Weise Zinnober in rothen, prächtigen, bis 1 mm grossen Kry stallen erhalten, indem ich in einem mit Korkstopfen unvollständig verschlossenen Kolben eine concentrirte, mit Quecksilbersulfid gesättigte Natriumsulfidlösung mehrere

Monate sich selbst überliess; es war hier die langsame Oxydation des Natriumsulfids durch den Sauerstoff der Luft, welcher die Bildung des Zinnobers veranlasste.

Schliesslich sei noch erwähnt, dass, wenn man ein Quecksilberoxydulsalz mit Natriumsulfid im Überschuss behandelt, der sich bildende Niederschlag zersetzt wird in Quecksilbersulfid, welches sich auflöst, und in metallisches Quecksilber, welches als Rückstand verbleibt.

Gewisse in dieser Notiz angeführte Reactionen scheinen der Natur nach geeignet zu sein, um für die qualitative und selbst quantitative Trennung des Quecksilbers von den Metallen der Gruppen des Cadmiums und des Arsens anwendbar zu sein; diese Seite der Frage habe ich vor, noch weiter zu prüfen.

Laboratorium der analytischen Chemie der Universität Lüttich.

Extractionsapparat nach Friedrichs.

Derselbe besteht aus der äusseren Röhre *A* (Fig. 51), dem Einsatzgefäß *B* und dem Heberröhrchen *C*.

Das Einsatzgefäß ist mit einer Rille versehen und besitzt am unteren Theil eine Verengung, welche mit einem Stopfen leicht verschlossen werden kann.

Die beiden Theile *A* und *B* können bereits als einfacher Extractionsapparat gebraucht werden, wenn die Probe von einem Filter umschlossen in das Gefässchen untergebracht wird. In diesem Falle bleibt die Verengung des letzteren offen.

Bei Substanzen, welche ein längeres Verweilen in der Extractionsflüssigkeit erfordern, wird indess die Verengung des Einsatzgefäßes durch einen Korkstopfen verschlossen, dann das Heberröhrchen so eingesetzt, dass der gerade Schenkel in die Rille zu liegen kommt, während das untere Ende des gebogenen Schenkels die tiefste Stelle des Gefäßes berührt. Die Probe wird ent-

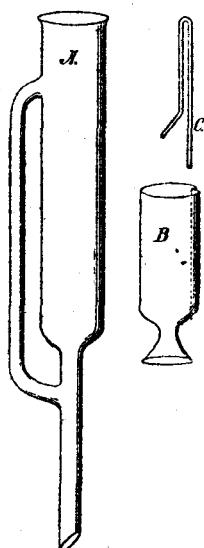


Fig. 51.

weder mit einem Filter oder einem anderen durchlässigen Stoffe umhüllt, in das Einsatzgefäß eingebracht und das Ganze vorsichtig in die Röhre A eingeschoben. Sollte das Heberröhrchen sich bei diesem Vorgang verschieben, so ist dasselbe leicht mittels eines Stäbchens in die richtige Lage zu bringen.

Nachdem der Extraktionskolben mit dem Apparat verbunden ist, wird die Extraktionsflüssigkeit eingefüllt, der Kühler aufgesetzt und die Erwärmungsvorrichtung in Thätigkeit gebracht. Ehe die zurücktropfende Extraktionsflüssigkeit den Rand des Einsatzgefäßes erreicht, beginnt die Heberwirkung des Röhrchens C (in Folge seiner capillaren Öffnung) und befördert die Flüssigkeit in den Extraktionskolben zurück, worauf das Spiel von Neuem beginnt.

Der Apparat ist in Folge seiner einfachen Construction leicht zu handhaben und zu reinigen; ein Vorzug desselben ist ferner, dass das Heberröhrchen nicht angeschmolzen ist, eine Auswechselung also leicht erfolgen kann, im Fall dasselbe zerbrechen oder sich verstopfen sollte.

Greiner & Friedrichs, Stützerbach.

Zur Aluminiumbestimmung im Handels-Aluminium.

Durch ein Versehen des Verf. unterblieb S. 20 d. Z.¹⁾ die Angabe, dass bei genauen Aluminiumbestimmungen der nach der angegebenen Methode erhaltenen und gewogene Thonerdeniederschlag zur Bestimmung der mitgefällten Kieselsäure mit Kaliumbisulfat geschmolzen werden muss.

Wollte man die gesammelte, in besonderer Portion bestimmte Kieselsäure in Abzug bringen, so würde man zu wenig Aluminium erhalten, da durch Ammonsalze nicht die ganze Kieselsäuremenge ausgefällt wird.

F. Regelsberger.

Hüttenwesen.

Internationale Normalproben für die Untersuchung von Eisen und Stahl. J. W. Langley (nach gef. eing. Sonderabdruck) machte i. J. 1888 den Vorschlag,

¹⁾ Das. Z. 1 muss es heißen (d. Z. 1890, 710) statt (d. Z. 1889, 710).

eine Reihe von Stahlproben mit möglichster Genauigkeit zu analysiren, damit dieselben als Normale bei wissenschaftlichen und technischen Analysen dienen könnten; diese Normalproben würden dann den analytischen Methoden gegenüber etwa dieselbe Stellung einnehmen, wie etwa Normalmeter und Normalgramm in den mechanischen Gewerben. Dieser Vorschlag fand allseitige Zustimmung; Ausschüsse wurden zu obigem Zwecke in Amerika, Deutschland, Frankreich und Schweden gebildet, um das Probematerial in Empfang zu nehmen und die nothwendigen Analysen zu veranlassen. In England wurde der Ausschuss von der British Association gewählt; diese entwarf für England einen Arbeitsplan, über welchen Näheres in the Transaction of the British Association zu finden ist. Langley erhielt den Auftrag, die nothigen Proben herzustellen. Das amerikanische Comité hielt seine erste Sitzung in Washington den 19. Februar 1890; man kam bezüglich des Kohlenstoffes zu dem Schluss, dass, da über die Bestimmung von Kohlenstoff in Eisen und Stahl so viele Widersprüche und Meinungsverschiedenheit herrschten, es nothwendig sei, die Methoden einem eingehenden Studium zu unterwerfen. Zu diesem Zwecke wurden besondere Proben hergestellt. Ein aus einem Tiegel gegossenes Blöckchen Werkzeugsstahl wurde in 2 Theile getheilt; der eine Theil blieb unbearbeitet, der zweite wurde zu einer dünnen Stange ausgeschmiedet. Von beiden wurden Drehspäne genommen, welche nach dem Absieben des Staubes gründlich vermischt wurden.

Der Ausschuss beschloss, zunächst folgende Punkte zu behandeln:

1. Die beste Methode zur Verbrennung von abgeschiedenem Kohlenstoff im Sauerstoffstrom.
2. Die beste Methode zur Verbrennung des Kohlenstoffes in einer Flüssigkeit.
3. Der Einfluss des Lösungsmittels auf die Menge und die Art der Abscheidung des Kohlenstoffes.

Der zur Sauerstoffverbrennung benutzte Apparat bestand aus einem gewöhnlichen Verbrennungsofen und einem Porzellanrohr, welches in dem vorderen Ende mit granulirtem porösen Kupferoxyd und vor diesem mit einer Silberspirale versehen war. Der Sauerstoff wurde zum Zweck der Reinigung durch ein kupfernes Rohr, welches mehrere Spiralen enthielt, hierauf durch Kalilauge und Chlorcalcium geleitet. Die aus dem Verbrennungsrohr tretenden Gase treten zuerst in eine Lösung von 0,5 g Silbersulfat in 5 cc Wasser. Der Kaliapparat war mit einem kleinen Chlorcalciumrohr versehen. Der ausgeschie-