

Wird die wässrige Lösung des Baryumsalzes mit Salzsäure erwärmt, so scheidet sich sofort Baryumsulfat ab. Durch dieses Verhalten unterscheidet sich das Salz scharf von seinem Isomeren.

Versuche, aus dem Salz durch genaues Ausfällen des Baryums mit der berechneten Menge Schwefelsäure und Eindunsten des Filtrates bei gewöhnlicher Temperatur in vacuo zur freien Sulfosäure zu gelangen, schlugen fehl. Die Lösung hinterliess nach dem Eindunsten einen krystallinischen Rückstand, dessen wässrige Lösung mit Chlorbaryum sofort einen Niederschlag von Baryumsulfat und auf Zusatz von Natronlauge den charakteristischen Piperidingeruch gab. Es war somit durch hydrolytische Spaltung aus der Sulfosäure schwefelsaures Piperidin entstanden.

Um festzustellen, ob nicht wenigstens ein Theil der Säure dieser Spaltung entgangen sei, versuchten wir, aus dem Reactionsproduct wieder piperidin-*N*-sulfosaures Baryum darzustellen. Durch überschüssiges Baryhydrat wurde das Piperidinsulfat zersetzt, die Base durch vorsichtiges Erwärmen verflüchtigt und die Lösung nach Ausfällung des Barytüberschusses eingedampft. Es hinterblieb in geringer Menge ein gut krystallisirendes Baryumsalz, das sich mit dem schon beschriebenen Salz der *C*-Sulfosäure identisch zeigte. Zur sicheren Identificirung wurde aus dem Salz die freie Säure dargestellt, die aus Wasser in den charakteristischen, bei 187—188° schmelzenden, beständigen Nadeln der Piperidin-*C*-sulfosäure krystallisirte.

424. Carl Renz: Ueber Indium.

[Aus dem chemischen Institut der Universität Breslau.]

(Eingegangen am 5. August 1901.)

I. Quantitative Bestimmung des Indiums.

Auf dieselbe Weise, wie Herz (Zeitschr. für anorgan. Chem. 26, 90, 26, 347, 27, 310) die quantitative Bestimmung des Zinks, Magnesiums und Kupfers mittels Ausfällen des Hydroxyds durch organische Basen (wie Dimethylamin, Guanidin, Piperidin und andere) ausgeführt hat, versuchte ich, das Indium quantitativ zu bestimmen. Da die Indiumsalze meistens sehr hygroskopisch sind, so wurde, um möglichst genaue Resultate zu erzielen, vom Indiumoxyd ausgegangen. Eine abgewogene Menge Indiumoxyd wurde in möglichst wenig verdünnter Salzsäure gelöst, erhitzt und mit Dimethylamin das Hydroxyd gefällt. Nachdem sich der Niederschlag abgesetzt hat, wird er abfiltrirt, ausgewaschen und getrocknet. Das hornartig zurückgebliebene Indiumhydroxyd wird sorgfältig vom Filter gebracht, das Filter ver-

ascht und die Filterasche und Niederschlag gegläht. Es wurde wieder dieselbe Menge Indiumoxyd erhalten.

0.4595 g In_2O_3 : 0.4590 g In_2O_3 = 82.49 pCt. In. — 0.5051 g In_2O_3 : 0.5045 g In_2O_3 = 82.48 pCt. In. — 0.5446 g In_2O_3 : 0.5449 g In_2O_3 = 82.63 pCt. In.

Die Theorie verlangt 82.58 pCt. In.

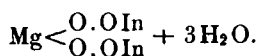
Es ist im Gegensatz zu der Magnesium- und Zink-Bestimmung bei der Indiumbestimmung besonders darauf zu achten, dass die Ausfällung des Hydroxyds in der Hitze vorgenommen wird, da sich das heiss ausgefällte Hydroxyd weit besser absetzt und sich leichter auswaschen lässt. Ferner ist darauf zu achten, dass der Niederschlag möglichst vollständig vom Filter gebracht und das Filter separat verascht wird, da sonst durch den Kohlenstoff eine Reduction des Indiumoxyds stattfindet.

Es wurde diese Methode zur Bestimmung des Indiums bei den im Folgenden beschriebenen Indiumsalzen benutzt.

II. Indiumsaure Salze.

Wie die Hydroxyde des Aluminiums und Goldes, so verhält sich auch das Indiumhydroxyd als schwache Säure und vermag Salze (Indate) zu bilden. Von diesen indiumsauren Salzen, die sich von einer Metasäure InO.OH ableiten, habe ich bis jetzt das Magnesiumindat dargestellt. Zur Darstellung des Salzes wurde folgendermaassen verfahren:

Indiumchlorid in wässriger Lösung wird mit etwas überschüssigem Magnesiumchlorid zum Kochen erhitzt. Der am Boden des Gefässes abgeessene Niederschlag wird durch mehrfaches Decantiren mit Chlorammonium gewaschen und so vom überschüssigen Magnesiumhydroxyd, das in Lösung geht, befreit. Der ungelöste Rest wird abfiltrirt und mit Wasser ausgewaschen. Das so erhaltene Magnesiumindat ist ein in Wasser unlösliches weisses Pulver von der Zusammensetzung:



Zur quantitativen Bestimmung des Indiums im Magnesiumindat wurde folgendermaassen verfahren:

Die abgewogene Menge Substanz wird in möglichst wenig verdünnter Salzsäure gelöst und mit Ammoniak annähernd neutralisirt. Darauf wird ein grosser Ueberschuss von Chlorammonium zugesetzt, erhitzt und mit Dimethylamin Indiumhydroxyd, das in Chlorammonium unlöslich ist (Meyer, Ann. d. Chem. 150, 153), ausgefällt, während das Magnesiumhydroxyd in Lösung bleibt. Nach gründlichem Aus-

waschen des abfiltrirten Niederschlages mit Chlorammonium und Wasser wird derselbe geglüht und das Indium als Oxyd bestimmt.

0.3086 g Sbst.: 0.2308 g In_2O_3 . — 0.4308 g Sbst.: 0.3199 g In_2O_3 .

Ber. In 61.5. Gef. In 61.7, 61.4.

Das Hydrat InO.OH wird durch Erhitzen des Hydroxyds auf 100° erhalten. (Winkler, Journ. f. prakt. Chem. 102, 290.)

III. Ferner wurden noch folgende Indiumsalze dargestellt:

Indiummolybdat, $\text{In}_2(\text{MoO}_4)_3 + 2\text{H}_2\text{O}$. Dasselbe entsteht durch Fällen der wässrigen Lösung eines Indiumsalzes mit Ammoniummolybdat als weisse, voluminöse Masse, die beim Trocknen hornartig wird. Das Salz ist in Wasser unlöslich und kann zu einer Trennung des Indiums vom Zink benutzt werden.

Zur quantitativen Bestimmung des Salzes wird dieses in möglichst wenig verdünnter Salzsäure gelöst und dann nach der oben angegebenen Weise weiter verfahren.

0.2995 g Sbst.: 0.1108 g In_2O_3 . — 0.3091 g Sbst.: 0.1138 g In_2O_3 .

Ber. In 30.6, H_2O 5.2.

Gef. In 30.5, 30.4, H_2O 5.1.

Ebenso entstehen durch Fällen einer wässrigen Indiumchloridlösung mit Natriumwolframat, Natriumuranat und Natriummetavana-dinat weisse resp. gelbe Niederschläge, die bis jetzt noch nicht näher untersucht wurden.

Indiumplatincyannür, $\text{In}_2(\text{Pt}[\text{CN}]_4)_3$, wurde erhalten durch Erhitzen von berechneten Mengen von Indiumsulfat und Baryumplatincyannür in wässriger Lösung. Das ausgefällte Baryumsulfat wird abfiltrirt und das Filtrat auf dem Wasserbade eingedampft. Es blieben weisse, hygroskopische Blättchen zurück, die sich bei stärkerem Erhitzen gelb färbten und zersetzten. Die wässrige Lösung des Salzes giebt mit Mercuronitrat den für Platincyannüre charakteristischen blauen Niederschlag. Das Salz enthält wahrscheinlich $2\text{H}_2\text{O}$.

Ber. In 19.6. Gef. In 19.5, 19.8.