

138. Otto Ruff: Über den Titanstickstoff.

[Aus dem Anorganischen und Elektrochemischen Laboratorium der Königlichen Technischen Hochschule, Danzig]

(Eingegangen am 8. März 1909.)

Von befreundeter Seite wurde ich darauf aufmerksam gemacht, daß sich bei der Darstellung und Analyse des Titanstickstoffs leicht Schwierigkeiten ergeben, deren Überwindung nach den ziemlich kurz gehaltenen Angaben in meinen gemeinschaftlich mit Fritz Eisner publizierten Untersuchungen »Über Titanstickstoff und eine neue Klasse von Titanverbindungen, die Stickstoffhalogenide« ohne weiteres nicht möglich ist. Es kommt noch hinzu, daß wir uns bei der allgemeinen Besprechung der in unserer Arbeit verwandten analytischen Methoden des Ausdrucks bedienten: »der Stickstoff wurde entweder nach Dumas bestimmt, oder es wurde das Nitrid mit kochender Kalilauge zerlegt«, in welchem es statt »das Nitrid« besser hätte heißen sollen: »wurden die leichter zersetzbaren Nitride«, wie dies im übrigen auch aus den bei den einzelnen Analysen gegebenen Daten ohne weiteres ersichtlich ist.

Die Darstellung des Titanstickstoffs nach dem Wöhler'schen Verfahren aus Titandioxyd und Ammoniak, kann der hierfür nötigen hohen Temperatur wegen nicht im Glasrohr ausgeführt werden; man erhält in solchem selbst bei ca. 8-stündigem Arbeiten Präparate von höchstens ca. 70 % Titanstickstoffgehalt; sie muß vielmehr im Porzellanrohr bei mindestens 1000° bis 1100°, noch besser bei ca. 1400 bis 1500° erfolgen. Selbst unter den letztgenannten Bedingungen wird die Nitridbildung erst nach 4 bis 6 Stunden vollständig.

Die Stickstoffbestimmung im reinen (d. h. halogenfreien) Titanstickstoff wird am besten volumetrisch nach Dumas, jedoch im Porzellanrohr, ausgeführt, indem das sehr harte, im Achatmörser staubfein gepulverte und mit 2 bis 3 g Kupferoxyd sorgfältig gemischte Nitrid in einem Porzellanschiffchen auf helle Rotglut (ca. 1000°) im Koblenzsäurestrom erhitzt wird; sie kann nicht durch Zersetzen des Nitrids mit siedender konzentrierter Kalilauge geschehen, da deren Angriff überaus langsam und anscheinend unter gleichzeitiger Entwicklung von Wasserstoff vor sich geht.

¹⁾ Diese Berichte **41**, 2250 [1908].