

Sollte sich Schwefel ausscheiden, so giebt man nur einfach Schwefelammonium hinzu.

Das zur Bereitung benötigte mehrfach Schwefelammonium kann durch Destillation von Natron- oder Kalischwefeleber mit der äquivalenten Menge Chlorammonium und Aufhängen des Destillats in gut gekühlten, mit etwas Wasser gefüllten Vorlagen bereitet werden.

Cöln, im August 1867.

VIII.

Verfahren zur Darstellung von Jodwasserstoffsäure.

Von

Dr. Clemens Winkler.

Wenn man, um Jodwasserstoffsäure zu erhalten, Hydrothion auf in Wasser vertheiltes Jod einwirken lässt, so sind bekanntlich Verluste unvermeidlich, weil der sich dabei ausscheidende Schwefel einen Theil des Jods umhüllt und der Einwirkung des Gases unzugänglich macht. Andererseits ist aber auch ein unverhältnissmässig grosser Aufwand an Schwefelwasserstoff erforderlich, welchen zu zersetzen, das sich nur langsam in der Flüssigkeit lösende Jod nicht Zeit findet und der somit unbenutzt entweichen muss.

Die Beseitigung dieser Mängel lässt sich auf folgende Weise erreichen:

Man löst zunächst das zur Ueberführung in Jodwasserstoffsäure bestimmte Jod in *frisch destillirtem*, säurefreien Schwefelkohlenstoff, welcher, unter tiefster Violettfärbung, ein ausserordentlich grosses Quantum davon aufzunehmen im Stande ist. Bestimmte Mengenverhältnisse einzuhalten, ist für diesen Fall nicht nothwendig, nur wurde es, aus später anzuführendem Grunde, für zweckmässig befunden, diese Jodlösung von mittlerer Concentration anzufertigen, also den Schwefelkohlenstoffzusatz nicht auf das äusserste Minimum zu beschränken.

Je nachdem man nun die Jodwasserstoffsäure von geringerem oder grösserem Gehalte darstellen will, fügt man

jetzt mehr oder weniger Wasser zur genannten Jodlösung. Diese giebt an jenes kein Jod ab und man erhält zwei scharf abgegrenzte Flüssigkeitsschichten: unten die undurchsichtige, ölige Jodlösung und darüber helles, farbloses Wasser.

Die Zersetzung des Schwefelwasserstoffs durch diese Flüssigkeit nimmt man zweckmässig in einem hohen cylindrischen Gefässe vor, bis auf dessen Boden ein Gaszuführungsrohr reicht. Dieses taucht dann in den tiefer gelagerten Schwefelkohlenstoff, welcher das Jod gelöst enthält, ein und innerhalb dieser Schicht findet auch die Reaction statt. Da diese von Wärmeentwicklung begleitet ist, so wird, namentlich wenn man in grösserem Maassstabe arbeitet, äusserliche Abkühlung des Gefässes nothwendig.

In dem Maasse, als das Hydrothiongas zuströmt, bildet sich nun Jodwasserstoff, welcher von der überstehenden Wassersäule vollkommen absorbirt wird. Der dabei frei werdende Schwefel scheidet sich nicht in festem Zustande aus, sondern er *löst* sich im Schwefelkohlenstoff, vorausgesetzt, dass dieser in zulänglicher Menge vorhanden ist. Deshalb eben ist es, wie oben ausgesprochen wurde, vortheilhaft, denselben in mässigem Ueberschuss anzuwenden.

Allmählich wird die anfangs undurchsichtige, violette Jodlösung heller und zuletzt erscheint sie klar und von gelber Farbe. Sobald dieser Punkt eingetreten, ist die Umsetzung vollendet und man findet nun im Gefässe eine schwerere, ölige Lösung von Schwefel in Schwefelkohlenstoff und darüber die gebildete, wässrige Jodwasserstoffsäure. Die Trennung beider Flüssigkeiten kann entweder mittelst Heber oder durch ein Papierfilter geschehen, welches nur die Jodwasserstoffsäure, nicht aber die Schwefellösung durchlässt. Aus letzterer gewinnt man durch Destillation den Schwefelkohlenstoff zurück und behält den Schwefel im Rückstande; die Jodwasserstoffsäure erhitzt man in einer Retorte kurze Zeit hindurch zum Sieden, um sie vom anhaftenden Schwefelwasserstoff zu befreien und giebt das geringe dabei entstehende Destillat, welches schwach jodhaltig ist, einer späteren Bereitung bei.

Das ausgebrachte Product ist vollkommen rein und kann zur Darstellung sämmtlicher Jodverbindungen benutzt werden.

Bei Anwendung des in solcher Weise modificirten Verfahrens findet, auch bei raschem Gange, kein Verlust an Schwefelwasserstoff statt und ebensowenig kann sich, da Alles flüssig bleibt, ein Theil des Jods der Einwirkung des Gases entziehen.

Zur Darstellung von Bromwasserstoffsäure ist diese Methode minder gut anwendbar, weil man, auch bei behutsam geleiteter Gasentwicklung, nicht im Stande ist, die Bildung von Bromschwefel vollkommen zu umgehen.

IX.

Mineralogische Mittheilungen.

Von

Dr. K. Haushofer.

1) Ueber den Malakolith von Gefrees.

Dieses Mineral findet sich bei Gefrees, Hof und an anderen Orten des Fichtelgebirges in ziemlich umfangreichen Nestern den krystallinischen Schiefen und Diabasen jener Gegend eingelagert. Es bildet unrein gelblichweisse bis grünlich-graue, krystallinisch individualisirte Aggregate, welche sich durch ihre vollkommene Spaltbarkeit nach dem orthodiagonalen und klinodiagonalen Hauptschnitt und das Auftreten der schiefen Endfläche (*OP*) auszeichnen; letztere erscheint als Zusammensetzungsfläche vieler dünnblättriger Individuen so häufig, dass dadurch der Anschein einer basischen Spaltbarkeit hervorgebracht wird. Die Spaltbarkeit nach den Prismenflächen ∞P tritt nur sehr undeutlich auf. In seinen übrigen Eigenschaften schliesst sich dieser Malakolith den schwedischen und norwegischen Vorkommnissen von Sala, Tunaberg, Arendal etc. vollkommen an. An den Kanten wenig durchscheinend; geringer Glasglanz, auf der basischen Fläche ins Perlgänzende; Härte = 5,5 (Mohs); spec. Gew. = 3,291; 3,265; 3,300; im Mittel 3,285. Schmilzt vor dem Löthrohr ziemlich leicht (= 3,5 nach der Kobell'schen Scala) zu weissem, trübem Glase; von Salzsäure wenig angegriffen,