IX. Ueber Jodaluminium; von Rudolph Weber.

Die Methode, welche Oersted zuerst 1820 für die Darstellung von trockenem Chloraluminium anwandte, in dem er über ein inniges Gemenge von Thonerde und Kohle einen Strom trocknen Chlorgases leitete, ist später von Löwig ¹⁾ auch für die Bereitung von trockenem Bromaluminium benutzt worden; derselbe erhielt die analoge Bromverbindung durch Glühen eines Gemenges von Thonerde mit Kohle in trockenem Bromdampfe.

Trocknes Jodaluminium konnte Wöhler ²⁾ nicht auf ähnliche Weise wie die Chlor- und Bromverbindungen erhalten; die im Verhältniß schwache Affinität des Jod vermochte unter den statthabenden Umständen eine Trennung des Sauerstoffs vom Aluminium nicht zu bewirken.

Den Bemühungen von Deville ist es in neuer Zeit gelungen, das metallische Aluminium in größeren Mengen darzustellen, so dafs es jetzt durch den Handel leicht zu beziehen ist. Ein Stück käuflichen Aluminiums gab mir die Anregung eine directe Verbindung von Jod und Aluminium zu versuchen. Hr. Prof. Magnus hatte die Güte mir zu erlauben die nachstehenden Versuche in seinem Laboratorium auszuführen und mir die erforderlichen Apparate anzuvertrauen.

In eine etwa 7^{cm} lange unten geschlossene Glasröhre wurde etwas Feilpulver von metallischem Aluminium gebracht, hierauf trocknes Jod geschüttet und die Röhre dann vor der Glasbläserlampe geschlossen. Man nimmt zweckmäfsig 1 Theil Aluminium und 10 bis 11 Theile Jod. Bei gewöhnlicher Temperatur erfolgt die Vereinigung vielleicht nur langsam, das mit dem Aluminium in Berührung stehende Jod adhärirt bald leicht an den Wänden der Röhre

1) Siehe dessen Schrift: Das Brom und seine chemischen Verhältnisse, Heidelberg 1829, S. 111.

2) Pogg. Ann. Bd. 11, S. 146.

Poggendorff's Annal. Bd. CI.

und löst sich davon durch Klopfen mit Hinterlassung eines braunen Flecks.

Wird die Röhre jetzt mit gehöriger Vorsicht erwärmt, so erfolgt die Vereinigung unter starker Licht- und Wärmeentwicklung, die Körnchen des Aluminiums verbrennen in der Röhre mit prächtig violettem Lichte; das gebildete Jodaluminium erscheint nach dem Erkalten als eine feste Masse durch Jod noch tief braun gefärbt. Wandte man einen kleinen Ueberschuss von Aluminium an, so ist es nur nöthig die Röhre nochmals gelinder zu erhitzen, besonders die Stelle, wo das Metall sich befunden, und das Jod durch die Flamme dahin zu sublimiren, um die Verbindung von überschüssigem Jod zu befreien; dieselbe erscheint dann mit Aluminium gemengt als eine schmutzig weisse krystallinische Masse.

Die Darstellung nach dieser Methode ist ohne Gefahr, nur möchte es rathsam seyn die Glasröhre von $1\frac{1}{2}$ bis 2^{mm} Wandstärke zu wählen, dieselbe unten gut zu verblasen, ganz erkalten zu lassen und das Jod in Stückchen auf das Metallpulver zu schütten ohne es damit zu mengen, die Röhre oben abzuschmelzen und die Erwärmung des übrigen Theils der Röhre möglichst zu vermeiden. In einem Holzgriffe wird die Röhre schräg befestigt, das untere Ende hierauf durch eine Alkohollampe erwärmt, die an eine Schnur befestigt ist und auf diese Weise sich aus der Ferne unter die Röhre führen läßt.

Ist das Aufglühen in der Röhre erfolgt, so können die ferneren Operationen gefahrlos in der Nähe geschehen. Auf diese Weise habe ich mir öfter 3 bis 4 Gramm der Verbindung auf einmal verschafft.

Das gebildete Jodaluminium läßt sich leicht am Ende der Röhre ansammeln; man biegt dann die Röhre etwas vor der Lampe oder wendet gleich anfangs eine gebogene Röhre an, und erhitzt das Jodaluminium, dasselbe schmilzt, geräth leicht ins Sieden und sublimirt in zarten schneeweissen Blättchen in den kälter gehaltenen Theil der Röhre.

Das so von freiem Jod und überschüssigem Aluminium getrennte Jodaluminium bildet blendend weisse Krystallblättchen, welche zu einer höchst liquiden Flüssigkeit schmelzen, die durch ferneres Erwärmen leicht siedet. Nach dem Erkalten bildet dieselbe eine feste, weisse krystallinisch-strahlige Masse. An der Luft raucht die Verbindung stark, zerfließt durch Anziehen von Wasser zu öligen Tropfen, färbt Papier bald purpurroth und löst sich in Wasser unter sehr starker Erhitzung auf. An der Luft erhitzt, zersetzt sie sich sehr leicht; Jod scheidet sich dabei aus, daher ist es kaum möglich, dieselbe unverändert aus einem Rohre in ein anderes einzuschmelzen, etwas ausgeschiedenes Jod braunt stets die Masse. Bringt man in das zweite Rohr einige Körnchen Aluminium und erhitzt dieselben zuerst, so wird die ganze Menge freien Jods absorbiert und die Verbindung ist dann wieder vollkommen weiss zu erhalten.

Die chemische Formel des Jodaluminiums liess sich nach der Zusammensetzung der analogen Chlor- und Bromverbindungen vorausschen; die Analyse bestätigt die Vermuthung.

Für den Zweck der Analyse wurde die Verbindung in einem etwas längeren Glasrohr in obige Weise dargestellt und vorsichtig an das andere Ende der Röhre sublimirt, dann möglichst zu einer Parthie zusammengeschmolzen, hierauf durch einen Feilstrich das Glasrohr eingeschnitten, das Rohr abgebrochen und schnell mit einem gut schliessenden Kork verschlossen, hierauf gewogen. Die Röhre mit dem Jodaluminium wurde dann in ein mit Wasser bis 4^{cm} Höhe gefülltes Becherglas gebracht; die Reaction zwischen Wasser und dem Jodaluminium erfolgt zwar mit vieler Energie, doch ist hierbei Verlust nicht zu befürchten, wenn man dafür sorgt, dass das Röhrchen horizontal im Glase liegt; anfangs entweicht eine Luftblase, die aber nur sehr wenig Dämpfe mit sich führt. Das getrocknete Rohr mit Kork wird zurückgewogen.

Aus der Flüssigkeit wurde das Jod durch Ag^{N} gefällt, dieselbe durch Salzsäure vom überschüssigen Silber befreit, die Thonerde dann durch Schwefelammon oder kohlensaures Ammon gefällt.

Drei Analysen gaben hierbei:

Gew. d. Substanz	1,513	1,4725	1,706
Jodsilber	2,611	2,545	2,947
Thonerde	0,203	0,199	0,231

Hieraus findet sich:

Jod	1,410	1,3749	1,588
Aluminium	0,107	0,105	0,123
	<u>1,517</u>	<u>1,4799</u>	<u>1,711</u>

oder auf 100 Th. berechnet:

Jod	93,12	93,37	93,12
Aluminium	7,07	7,10	7,20
	<u>100,19</u>	<u>100,47</u>	<u>100,32</u>

Diesen Berechnungen ist das Atomgewicht für:

Jod = 1585,99 Marignac

Alum. = 341,80 Berzelius

zu Grunde gelegt worden. Das Mittel aus jenen 3 Versuchen ergibt nun:

Jod	= 93,20
Alum.	= <u>7,12</u>
	<u>100,32.</u>

Gehen wir von der Formel:

aus, berechnen nach dieser die Zusammensetzung, so ergibt sich in Vergleich mit den gefundenen Werthen:

	berechnet	gefunden
Jod	= 93,10	93,20
Alum.	= <u>6,90</u>	<u>7,12</u>
	<u>100,00</u>	<u>100,32</u>

welche Werthe so wenig von einander abweichen, daß die Formel:

gerechtfertigt erscheinen dürfte.

Verbindungen des Jodaluminiums.

Das Jodaluminium vereinigt sich wie viele der flüchtigen Chlor-, Brom- und Jodverbindungen mit Wasser; es löst sich in Wasser vollständig unter heftiger Erhitzung zu einer klaren Lösung, welche an der Luft durch Ausscheidung von Jod sich schnell bräunt. Auch in absolutem Alkohol ist es löslich. Unter der Luftpumpe neben Schwefelsäure kann man die wässrige Lösung abdampfen und unter Umständen eine völlig weisse Masse erhalten. Das Jodaluminium wird mit wenig Wasser behandelt, so daß eine klare, ölige Lösung entsteht, dieselbe dann schnell unter die Glocke neben Schwefelsäure gebracht und möglichst vollständig ausgepumpt. Bald bildet sich ein kristallinisch-strahliger Ueberzug, welcher nach kurzer Zeit zu einer emailartigen Masse wird. Durch Berühren mit einem Glasstabe erstarrt dann öfter die noch zähflüssige Masse unter lebhafter Wärmeentwicklung. Die feste Masse hält sich ohne Veränderung in der Glocke neben Schwefelsäure, raucht nicht an der Luft, zerfließt leicht und löst sich ohne Rückstand in Wasser. In einer Glasröhre erhitzt zerlegt sie sich, Wasser, Jodwasserstoff und freies Jod entweichen, Thonerde im Rückstande lassend. Es ist also wahrscheinlich ein Hydrat des Jodids; seine Zusammensetzung näher zu bestimmen habe ich mir noch vorbehalten.

Das Jodaluminium verhält sich wie das analoge Chlorid als elektronegativer Körper und vereinigt sich mit elektropositiven Jodmetallen.

Die Verbindung mit Jodkalium ist leicht rein zu erhalten, ich schlug folgenden Weg zu ihrer Darstellung ein. Reines Jodkalium wurde gepulvert von seinem Decrepitationswasser befreit, in dem geschlossenen Schenkel eines gebogenen Glasrohrs geschüttet. In einer engen Glasröhre war zuvor das Jodaluminium bereitet worden; es wurde das das Jodid enthaltende Ende der Röhre abgeschnitten, in die gebogene Röhre eingelegt, etwas Aluminiumpulver hinzugefügt und vor der Lampe geschlossen.

Zuerst wird der Theil der Röhre, wo das Metall sich befindet, erhitzt, dann die Stelle der Röhre, an welcher das Röhrchen mit dem Jodaluminium sich befindet; letzteres schmilzt, entsendet Dämpfe von Jod, welche jedoch bald vom metallischen Aluminium absorbirt werden. Durch Sublimation treibt man das Jodid jetzt zum Jodkalium, beide verbinden sich leicht. Durch starkes Erhitzen vertreibt man den Ueberschufs des Jodaluminiums.

So bereitet bildet die Doppelverbindung eine wachsglänzende, durchscheinende krystallinische Masse, welche leicht schmilzt, aber sehr schwer flüchtig zu seyn scheint. Durch starkes Erhitzen wird es nicht zerlegt, es entläßt aber einen kleinen Ueberschufs von Jodaluminium sehr schwer, die Temperatur mußte zu diesem Zwecke bis zum Erweichen des Glases gesteigert werden. In Wasser löst es sich ohne Rückstand mit starker Erwärmung auf.

Die Analyse der Doppelverbindung, welche so stark und lange erhitzt worden war, daß kein Entweichen von flüchtigen Producten mehr merkbar war, geschah wie die des Jodids selbst; das Kali wurde zuletzt durch Verdampfen der Lösung erhalten und als schwefelsaures Kali gewogen. Es fand sich hierbei:

Angew. Subst.	=	1,733	—	2,258
Jod	=	1,535	—	2,001
Aluminium	=	0,092	—	0,118
Kalium	=	0,103	—	0,126
		1,730		2,245

Oder in 100 Theilen:

				Mittel,
Jod	=	88,57	—	88,62 — 88,59
Aluminium	=	5,308	—	5,22 — 5,26
Kalium	=	5,95	—	5,57 — 5,76
		99,828		99,41 99,61.

Gehen wir aus von der Formel:

und berechnen die Zusammensetzung unter dieser Voraussetzung, so ergibt sich, verglichen mit den gefundenen Werthen:

	berechnet	gefunden
Jod	88,42	88,59
Aluminium	4,77	5,26
Kalium	6,81	5,76
	<u>100,00.</u>	<u>99,61.</u>

Die beiden Zahlenreihen weichen wenig von einander ab, so daß die Formel für die Verbindung gelten kann. Die Zahlen lehren, daß ein kleiner Ueberschuß von Jodaluminium der Doppelverbindung beigemischt war.

Mit der Darstellung einiger anderer Doppelverbindungen des Jodids bin ich noch beschäftigt.

X. *Akustische Beobachtungen;* *von F. G. Schaffgotsch.*

In Folge mannichfach abgeänderter Wiederholungen meiner in diesen Annalen (Bd. C, S. 352) kurz zur Anzeige gebrachten akustischen Beobachtung ist es mir gelungen, mehrere neue Thatsachen aufzufinden, welche den Gegenstand des vorliegenden Aufsatzes bilden, und bereits im April d. J. einigermaßen zum Abschlufs gediehen waren, so daß ich, von Hrn. Prof. Poggendorff dazu aufgefordert, es wagen durfte, sie zur Kenntniß der Königl. preuss. Akademie der Wissenschaften zu bringen. Fast alle bis dahin von mir gemachten Erfahrungen finden sich in den gedruckten Monatsberichten der Akademie unterm 30. April kurz zusammengestellt. Seitdem habe ich meine Beobachtungen noch erweitert und es mir namentlich angelegen seyn lassen, die zum Gelingen der Versuche günstigsten Umstände zu erforschen, so wie die erforderlichen Hülfsmittel zu vervollkommen, um denen, die meine Versuche der Wiederholung würdigen wollen, die Arbeit zu erleichtern, denn ich weiß aus Erfahrung, daß dergleichen Wie-