

Über Thoriumverbindungen.¹

Von

JOSEPH LESINSKY und CHARLES GUNDLICH.

Mit 1 Figur im Text.

Vorläufige Mitteilung.

I. Thoriumbromid.

Der eine der Verfasser hat schon gezeigt, daß Thoriumbromid in krystallisiertem Zustande dargestellt werden kann und hat für diese Verbindung, gemäß der Analyse, in Übereinstimmung mit JANNASCH und LOCKE, die Formel $\text{ThBr}_4 + 10\text{H}_2\text{O}$ aufgestellt. Dieser Körper war jedoch nicht chemisch rein, da er stark durch freies Brom und Spuren von Cer gefärbt war.

Da in Anbetracht dieser Thatsache eine perfekte Analyse von dem oben erwähnten Salz nicht erhalten werden konnte, wiederholten wir die ganze Untersuchung, und durch sorgfältiges Arbeiten gelang es uns schliesslich, ein reines, weißes und gut krystallisiertes Salz darzustellen und zu analysieren, welches in diesem Zustande sehr stabil zu sein scheint. Es mag interessieren, daß BUNSEN vor vielen Jahren das Bromid darzustellen versuchte, daß es ihm aber nicht gelang, da sein Thorium Spuren anderer seltener Oxyde enthielt. Er begnügte sich damit, dieses Salz als eine „gummiartige Masse“ zu beschreiben.

Da wir eine große Menge reinen Thoriumnitrats erhalten und dasselbe spektralanalytisch auf seine Reinheit geprüft hatten, so gelang es uns ein Bromid darzustellen, welches in großen, weißen, hexagonalen Prismen krystallisierte, von denen einige $\frac{1}{4}$ Zoll lang waren. Durch Waschen des Salzes mit Ligroin und Chloroform und durch Umkrystallisieren aus Alkohol wurde ein für die Analyse sehr geeignetes Salz erhalten.

¹ Ins Deutsche übertragen von P. PFEIFFER.
Z. anorg. Chem. XV.

Zur Darstellung des Bromids fällten wir mittels Ammoniak Thoriumhydroxyd aus, wuschen es nach mehrmaligem Dekantieren möglichst rasch mit heißem Wasser, lösten in frisch destillierter Bromwasserstoffsäure und ließen die Lösung im Vakuum über Schwefelsäure eindunsten (im Dunkeln). Diese Operation ist durchaus notwendig, da das Hydroxyd in Berührung mit Luft stark Kohlensäure absorbiert, wodurch dasselbe in der Kälte schwer löslich wird und so ein unreines Bromid erzeugt.

Aus vier sehr genauen Analysen erhielten wir als Formel des Salzes $\text{ThBr}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$.

Thoriumbromid ist sehr löslich in Alkohol und Wasser. Bei 100° schmilzt das Salz in seinem Krystallwasser und giebt erst bei einer beträchtlich höheren Temperatur sein gesamtes Wasser ab.

Analyse des Thoriumbromids.

Wegen der hygroskopischen Natur dieses Körpers waren wir gezwungen den folgenden Apparat zu konstruieren, um sein Krystallwasser zu bestimmen. Wir fanden ihn zu diesem Zwecke sehr brauchbar.



Derselbe besteht aus einem Stück Verbrennungsröhre und einem Chlorcalciumrohr, die durch einen Gummischlauch mit einander verbunden sind.

Die früher angewandte Methode war nicht nur nicht genau, wegen ihrer komplizierten Natur, sondern sie setzte auch das Salz während der Analyse zu sehr der Luft aus.

Um das Brom zurückzuhalten, wandten wir mit guten Resultaten Bleisuperoxyd anstatt Bleioxyd an.

Die Substanz wird in ein Platinschiffchen und das Schiffchen wiederum in ein Wägegläschen gebracht, mit hochsiedendem Ligoïn bedeckt, in ein Vakuum gestellt, getrocknet und gewogen. Diese Operation wird wiederholt, bis das Gewicht des Salzes konstant ist. Natürlich ist es notwendig, das Gläschen, so lange noch Ligoïn verdunstet, offen zu halten. Sobald alles Ligoïn verschwunden ist, wird das Gläschen geschlossen und gewogen.

Das Schiffchen wird nun aus dem Gläschen entfernt und in

das Ende des Apparates gebracht, welcher sofort geschlossen wird. Darauf läßt man während der ganzen Dauer des Versuches einen Strom trockener Luft durch den Apparat gehen.

Das Bleisuperoxyd wird mit Glaswolle gemischt, wodurch eine gröfsere Oberfläche erhalten und das Brom vollständig zurückgehalten wird.

Anfänglich muß das Schiffchen sehr vorsichtig erhitzt werden, zuletzt jedoch mit grofser Flamme, um alles Wasser zu entfernen.

Das Wasser wird, wie gewöhnlich, absorbiert und gewogen.

II. Thoriumjodid.

Obgleich es uns gelang, ein krystallisiertes Jodid zu erhalten, waren wir nicht im stande dasselbe zu analysieren, weil sich, sobald wir die Substanz dem Lichte aussetzten, sofort freies Jod ausschied.

Augenblicklich sind wir damit beschäftigt, das Jodid und die Doppelsalze des Bromids, ferner die Chlorate, Bromate und Jodate des Thoriums zu untersuchen.

Herrn Prof. COBLENTZ danken wir für das grofse Interesse, das er unserer Arbeit entgegengebracht hat und für seine wertvollen Ratschläge.

New York, College of Pharmacy, 8. März 1897.

Bei der Redaktion eingegangen am 21. April 1897.