

XI. Bei einem spec. Gewichte von 1,15692 und 1,15688 bei 19° betrug der Gehalt an Chromsäure 19,33 Proc.; denn es hinterließen:

a) 4,502 Lösung = 0,8695 Chromsäure = 19,31 Proc.

b) 4,783 " = 0,9250 " = 19,34 "

XII. Der Gehalt an Chromsäure einer Lösung von 1,0957 spec. Gewicht bei 19,5° betrug 12,34 Proc.; denn es hinterließen

a) 4,931 Lösung = 0,6095 Chromsäure = 12,36 Proc.

b) 4,722 " = 0,5815 " = 12,32 "

XIII. Es zeigte eine Lösung das spec. Gewicht

bei 14°,2 C. von 1,0694

" 18°,0 C. von 1,0679

und einen Gehalt an Chromsäure von 8,79 Proc., da 3,9855 Lösung 0,3505 Chromsäure hinterließen.

XIV. Die verdünnteste der untersuchten Lösungen zeigte einen Chromsäuregehalt von 8,25 Proc., da 3,0615 an Rückstand von 0,2525 hinterließen bei einem spec. Gewicht

von 1,0606 bei 16°,2 C.

von 1,0600 bei 17° C.

Berlin d. 20. Juni 1871.

XII. Ueber die Darstellung von krystallisirtem Chrom; von Emil Zettnow.

An Stelle des Gemenges von violetterm Chromchlorid mit Chlorkalium und Chlornatrium, wie es Wöhler¹⁾ zur Darstellung von krystallisirtem Chrom vorschlug, benutze ich das mit leichter Mühe zu erhaltende Doppelsalz von Chromchlorid mit Chlorkalium, welches beim Eindampfen einer wässrigen Lösung von Chromchlorid und Chlorkalium im Rückstand bleibt. Eine gewisse Menge von Chlorkalium

1) Ann. der Chem. und Pharm.

verhindert nämlich die Zersetzung des Chromchlorids beim Eindampfen völlig, so daß man eine schön violette Masse erhält, welche ohne Zersetzung scharf ausgetrocknet und geschmolzen werden kann, selbst nachdem dieselbe bei einem Versuche mindestens acht Stunden sich in glühendem Flusse befunden hatte, war ein Theil, und zwar der obere, der Luft ausgesetzte, noch schön violett und in Wasser klar löslich. Ein Zusatz von Chlornatrium ist nicht rathsam, ja es scheint sogar, als ob ein solcher die Zersetzung des Chromchlorids begünstigt und schädlich wirkt. Handelt es sich bei der Darstellung um eine möglichst große Ausbeute ohne Rücksicht auf die Schönheit der Krystalle, so kann man folgendermaßen verfahren:

100,0 rothes, käufliches, chromsaures Kali in erbsen- bis bohnengrößen Stücken werden mit 300 CC. roher Salzsäure und 150 CC. Wasser übergossen und 75 bis 80 CC. Alkohol von 80° hinzugefügt. Wenn die Flüssigkeit innerhalb 5 bis 10 Minuten unter Lösung und Reduction des chromsauren Kalis sich selbst zum Sieden erhitzt hat, wird dieselbe stark eingedampft, 160,0 bis 180,0 Chlorkalium hinzugefügt, das ganze in der Schale fast zur Trockne gebracht und alsdann in einem irdenen oder eisernen Tiegel völlig ausgetrocknet, bis eine über den Tiegel gehaltene Glasplatte durch entweichendes Wasser nicht mehr beschlägt. Die violette Masse wird etwas zerkleinert, in vier gleiche Theile getheilt und jeder Theil mit 50,0 klein geschnittenem Zinkblech gemengt. Diefes Gemenge läßt sich in verschlossenen Flaschen aufbewahren, an der Luft zieht es Feuchtigkeit an und zerfließt allmählig zu einer grünen Masse. In einen hell roth glühenden hessischen Tiegel trägt man als die erste Portion ein, und wenn diese in gutem Flusse ist, die zweite usw. Nach dem Eintragen des letzten Theiles erhält man den Tiegel noch $\frac{1}{2}$ bis $\frac{3}{4}$ Stunden im Glühen, ohne daß das Zink allzu heftig siedet, rührt auch einige Male mit einem Eisendrahte um und läßt den Tiegel schließlicb entweder langsam im Ofen erkalten, indem man die Züge schließt, oder schneller, indem man ihn

heraushebt, gelinde aufstößt und ruhig erkalten läßt. Hängt man hierauf den Tiegel mit der Oeffnung nach unten gekehrt in einen Eimer Wasser, so löst sich die grüne aus Chlorkalium, Chromoxyd und etwas unzersetztem Chromchlorid-Chlorkalium bestehende Schmelze schnell auf, der Zinkregulus fällt heraus und der Tiegel kann nach dem Austrocknen noch 3 bis 4 Mal zu demselben Zwecke dienen. Den Zinkregulus kocht man mit Wasser aus, bürstet ihn rein und legt ihn in rohe, verdünnte Salpetersäure, welche das auskrystallisirte Chrom ungelöst zurück läßt, während das mit dem Zink chemisch verbundene von ihr gelöst wird, wie die blaue Farbe der Flüssigkeit dieß andeutet. Daß diese Auflösung des Chroms nicht etwa von etwas der rohen Salpetersäure anhängender Salz- oder Schwefelsäure herrührt, beweist der Umstand, daß dieselbe blaue Färbung der Flüssigkeiten bei Anwendung reiner, starker oder schwacher Salpetersäure eintritt, während die Krystalle weder von der rohen verdünnten noch von reiner concentrirter Salpetersäure angegriffen werden. Ist der Zinkregulus verschwunden, so erwärmt man die zurückbleibenden Krystalle mit etwas frischer Salpetersäure, wäscht mit Wasser und trocknet. Die Ausbeute beträgt etwa 3,0 bis 4,0, jedoch erhält man schon bei Anwendung von 6,0 chromsauren Kali und Schmelzen über dem Gasgebläse eine genügende Menge, um einige physikalische Eigenschaften, wie Härte, Farbe, prüfen zu können.

Weiteres über denselben Gegenstand und besonders über die dem regulären System angehörenden Krystallformen des Chrom hoffe ich in Kurzem veröffentlichen zu können.

Berlin, 16. Mai 1871.
