

III. Monatsbericht.

Trennung der Phosphorsäure von den Basen.

Diese neue Methode von G. Chancel gründet sich auf die Unlöslichkeit des gelben phosphorsauren Silberoxyds $3\text{AgO}, \text{PO}_5$ in einer neutralen Flüssigkeit.

Wenn man unter Zusatz von ein wenig Salpetersäure ein unlösliches Phosphat in Wasser löst und der Lösung salpetersaures Silberoxyd zusetzt, so entsteht kein Niederschlag, so lange diese sauer ist. Man neutralisirt eine solche Lösung leicht, wenn man sie kurze Zeit mit überschüssigem kohlensaurem Silberoxyd schüttelt; hierbei fällt das phosphorsaure Silberoxyd vollständig heraus.

Diese Methode ist sehr empfehlenswerth. Als Beispiel sei die Trennung der Phosphorsäure von Alkalien und Erden näher beschrieben.

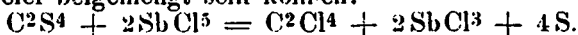
Die gewogene Substanz wird in Salpetersäure gelöst, die Lösung mit Wasser verdünnt und der klaren Flüssigkeit eine genügende Menge salpetersaures Silberoxyd und dann ein geringer Ueberschuss von kohlensaurem Silberoxyd zugesetzt. Man schüttelt nun die etwas geneigte Flasche, um Verlust durch Kohlensäureentwicklung zu vermeiden, so wird die freie Säure sogleich gesättigt sein und vermeidet alles Erwärmen. Nach kurzer Zeit scheidet sich das phosphorsaure Silberoxyd vollständig ab, was man daran erkennt, dass die Flüssigkeit auf Lackmus keine bleibende Röthung hervorbringt. Jetzt filtrirt man ab und wäscht den Niederschlag gut aus. Die Basen befinden sich sämmtlich im Filtrate, welches keine Spur Phosphorsäure mehr enthält, jetzt durchbohrt man das Filter und spült den Niederschlag in eine Flasche, löst ihn in etwas Salpetersäure auf und fällt das Silber durch Salzsäure aus. Aus dem Filtrate wird die Phosphorsäure wie gewöhnlich als phosphorsaure Ammoniakmagnesia gefällt.

Aus der die Basen enthaltenden Flüssigkeit wird

das Silber durch Salzsäure gefällt, das Filtrat eingengt und darin die einzelnen Basen bestimmt. (*Compt. rend. 1859. — Journ. für prakt. Chemie. 79. Bd. III. u. IV. Hft.)*
B.

Darstellung von Chlorkohlenstoff.

A. W. Hofmann bedient sich zur Bereitung des Chlorkohlenstoffs C^2Cl^4 (Siedepunct 77^0) aus Schwefelkohlenstoff als Chlorirenden Körper des Antimonchlorids $SbCl^5$. Beim Zusammenmischen von Schwefelkohlenstoff mit Antimonchlorid tritt sogleich eine heftige Reaction ein; die Mischung erhält sich kurze Zeit im Sieden und setzt dann beim Erkalten eine reichliche Krystallisation von Antimonchlorür ab, welche mit wohl ausgebildeten Schwefelkrystallen durchsetzt ist. Die von den Krystallen abgegossene Flüssigkeit ist vorzugsweise Chlorkohlenstoff, dem Schwefelkohlenstoff und etwas Chlorschwefel beigemengt sein können:



Wenn man den Versuch mit ein Paar Unzen anstellt, so müssen, damit keine Verluste entstehen, die beiden Flüssigkeiten in einem Kolben zusammengebracht werden, der mit einem verticalen Kühlapparate in Verbindung steht. Man erhält am meisten Ausbeute, wenn man Antimonchlorid mit einem beträchtlichen Ueberschusse von Schwefelkohlenstoff mischt und die in einer Retorte siedende Flüssigkeit mit einem Strome trocknen Chlorgases behandelt. Das Product wird der Destillation unterworfen und der unter 100^0 übergehende Theil durch siedende Kalilauge von Antimonchlorür, Chlorschwefel und unzersetzten Schwefelkohlenstoff befreit.

Mittelst des Antimonchlorids kann man auch sehr leicht das Chlorelayl darstellen. Man erhitzt in einer mit umgekehrt stehendem Kühlrohr versehenen, tubulirten Retorte nur ganz geringe Mengen Antimonchlorid zum Sieden und leitet durch den Tubulus gleichzeitig einen lebhaften Strom trocknen ölbildenden Gases und trocknen Chlors ein. In der Atmosphäre von Antimonchlorid geht die Vereinigung des Chlors und Aethylens ohne die geringste Schwierigkeit von statten; wenn die Retorte voll ist, unterbricht man die Gaszufuhr und destillirt. Was unter 100^0 übergeht, braucht nur noch einmal rectificirt zu werden, um reines Chloräthylen zu sein. (*Ann. der Chem. u. Pharm. CXV. 264—267.*) G.