

44 Quantitative Bestimmung des Arsens, Antimons u. Zinns.

Prismatisches salpetersaures Kupferoxyd $\text{CuO}, \text{N}^2\text{O}^5$
+ $3\text{H}^2\text{O}$.

Basisches — — — — — — — — — — $\text{CuO}, \text{N}^2\text{O}^5$
+ $3(\text{CuO}, \text{H}^2\text{O})$.

Die 3 At. Wasser des neutralen prismatischen Salzes scheinen also in dem basischen Salze durch 3 At. Kupferoxyd ersetzt zu sein. (*Journ. f. prakt. Chem. B. 44. p. 179.*)
E. St.

Quantitative Bestimmung des Arsens, Antimons und Zinns.

Diese neue Methode von H. Rose ist gegründet auf die Eigenschaft des Chlorammoniums, mehrere Metalloxyde bei erhöhter Temperatur zu zersetzen und mit den Metallen leicht sich verflüchtigende Chloride zu bilden.

Es ist hinlänglich bekannt, mit welchen Schwierigkeiten die Trennung der Säure des Arsens, des Antimons und des Zinnoxids von den Basen verknüpft ist, diese lassen sich aber in vielen Fällen durch die Anwendung des Chlorammoniums umgehen.

Hat man ein Salz von alkalischer Basis mit einer der drei genannten Metallsäuren zu untersuchen, so braucht man dasselbe nach dem Glühen und Wägen nur mit der 5 bis 8fachen Menge Chlorammonium zu mengen und in einen Tiegel von Berliner Porcellan, welchen man mit einem concaven Platintiegel bedeckt, über die Spirituslampe mit doppeltem Luftzug bis zur gänzlichen Verflüchtigung des Chlorammoniums zu glühen. Das Alkali bleibt als Chlormetall zurück und kann genau der Menge nach bestimmt werden. Eine Verflüchtigung des alkalischen Chlormetalls hat man, so lange noch Chlorammonium sich verflüchtigt, nicht zu befürchten, welche durch die hierbei herrschende niedere Temperatur verhindert wird; ist jedoch die Verflüchtigung des Chlorammoniums vorüber, so muss man die Hitze mässigen, um das Schmelzen des Rückstandes im Porcellantiegel zu vermeiden. Der Rückstand im Porcellantiegel wird aufs neue mit Chlorammonium gemengt und wie das erste Mal geglüht, was so oft wiederholt wird, bis das Gewicht des Rückstandes constant bleibt. — Durch den Zutritt der Luft wird zuweilen der Platintiegel mit einem Hauch metallischer Säure überzogen, namentlich mit Zinnoxid beim Glühen von Zinnsäure-Verbindungen. In diesem Falle bestreut man den Deckel beim folgenden Glühen mit etwas Chlorammonium.

Bei der Untersuchung des arseniksauren Natrons war nur ein einmaliges, bei der des antimonsauren Natrons

ein fünfmaliges, beim zinnsauren Kali ein dreimaliges Glühen mit Chlorammonium erforderlich. Die erhaltenen alkalischen Chlormetalle entsprechen genau dem Gehalt an Alkali in den Salzen. — (*Journ. f. prakt. Chemie, Bd. 41. pag. 117.*) E. St.

Darstellung einiger Chromverbindungen.

Traube hat folgende Bereitungsweisen einiger Chromverbindungen angegeben:

Chromsäure. Man erwärme 1 Theil zweifach chromsaures Kali mit $3\frac{1}{2}$ Th. Schwefelsäure und $2\frac{1}{2}$ Th. Wasser. Beim Erkalten krystallisirt der grösste Theil des Kali in Form von zweifach schwefelsaurem Kali heraus. Zu der von diesen Krystallen abgegossenen Flüssigkeit setze man noch 4 Th. Schwefelsäure zu; es fällt Chromsäure in rothen Flocken nieder. Man erwärmt, setzt nach und nach Wasser bis zur Auflösung zu und dampft bis zum Erscheinen einer Krystallhaut ein. Nach dem Erkalten krystallisirt Chromsäure heraus. Die darüber stehende Schwefelsäure kann zur Zersetzung neuer Portionen zweifach chromsauren Kalis dienen. Die Reinigung der so erhaltenen, auf einem Ziegelsteine getrockneten Chromsäure kann man auf zweierlei Art bewerkstelligen: 1) durch vorsichtiges Schmelzen im Luftbade, wobei sich aus dem beigemengten chromsauren Kali und der Schwefelsäure unlösliches schwefelsaures Chromoxyd-Kali und unlösliches schwefelsaures Chromoxyd bildet, welches beim nachherigen Lösen in Wasser als Bodensatz zurückbleibt. 2) Man löst die rohe Chromsäure in Wasser und setzt nach und nach Schwefelsäure hinzu, bis die Chromsäure eben gefällt wird; dann dampft man bis zum Erscheinen der Krystallhaut ein und stellt das Ganze an einen ruhigen Ort. Die Krystalle werden auf einem Ziegelsteine getrocknet und zuletzt noch im Wasser umkrystallisirt. Durch blosses Umkrystallisiren im Wasser lässt sich die Chromsäure nicht so leicht und nicht ohne grossen Verlust von chromsaurem Kali befreien.

Blaues schwefelsaures Chromoxyd. Man löst 4 Theil in Schwefelsäure umkrystallisirter Chromsäure in $4\frac{1}{2}$ Th. concentrirter Schwefelsäure und 3 Th. Wasser. Zu dieser in kaltes Wasser gestellten Mischung lässt man allmählig Weingeist in Tropfen durch einen mit Papier verstopften Trichter zufließen. Nach beendigter Reduction giesst man absoluten Alkohol hinzu, wodurch sofort blaues schwefelsaures Chromoxyd herausgefällt wird, das man mit Weingeist auswäscht.