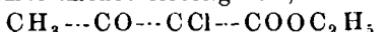


gechlorte Verbindung nicht darstellbar. Hieraus lässt sich schliessen, dass in der That das Kupferatom in dieselbe  $\text{CH}_2$ -Gruppe eingetreten ist, in der sich bereits das Chloratom befindet. Stände das erstere an einer andern Stelle, so wäre nicht einzusehen, weshalb nicht auch der Acetdichloressigäther eine Kupferverbindung eingehen sollte.

Es wurden auch die Magnesium-, Nickel- und Kobaltverbindung des Acetmonochloressigäthers dargestellt. Dieselben sind indessen sehr wenig beständig, so dass es nicht gelungen ist, sie in völlig reinem Zustand zu erhalten.

Der Magnesiumacetmonochloressigäther,

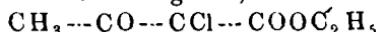


Mg ,



entsteht beim Schütteln einer mit Chlorammonium und Ammoniak versetzten Magnesiumsulfatlösung mit Acetmonochloressigäther. Er stellt ein weisses Pulver dar, welches sich in heissem Alkohol leicht löst und sich beim Erkalten in weissen, seideglänzenden Nadeln ausscheidet.

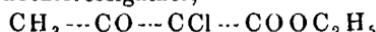
Der Nickelacetmonochloressigäther,



Ni ,



und Kobaltacetmonochloressigäther,



Co ,



werden durch gleiche Behandlung von mit Chlorammonium und Ammoniak versetzter Nickel- und Kobaltsulfatlösung erhalten. Die Nickelverbindung ist ein hellgrünes, die Kobaltverbindung ein hell rosenrothes Pulver.

Leipzig.

Physikalisch-chemisches Laboratorium.

321. C. Hensgen: Ueber ein neues Doppelsalz der Chromsäure von der Zusammensetzung  $\text{K}_2\text{CrO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{CrO}_4)_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ .  
(Eingegangen am 2. Juli.)

Mit einer Arbeit über Chromate beschäftigt, worauf ich später ausführlicher zurückkommen werde, theile ich hier über ein, bei diesen Untersuchungen erhaltenes, neues Doppelsalz von der Zusammensetzung:  $\text{K}_2\text{CrO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{CrO}_4)_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  Folgendes mit.

Sättigt man eine concentrirte Lösung von neutralem Kalium-chromat ( $K_2CrO_4$ ) mit einer solchen von Eisenchlorid ( $Fe_2Cl_6$ ) so lange noch ein Niederschlag entsteht, und löst man den letzteren durch Hinzufügen der nöthigen Menge Salzsäure wieder auf, so erhält man eine tief dunkelrothe Lösung, aus welcher nach mehreren Tagen das Salz von obiger Zusammensetzung sich auszuscheiden beginnt.

Diese Ausscheidung erscheint zu Anfang in Form rothgelber, dichter Krusten am Boden des Gefäßes, späterhin entstehen besser ausgebildete, dunkelrothe, blättrige Formen von deutlich krystallinischer Structur, immerhin geht die Abscheidung sehr langsam vor sich.

Die so erhaltene, krystallinische Verbindung lässt sich bei schnellem Abwaschen mit kaltem Wasser ohne Zersetzung von anhaftender Mutterlauge befreien. Längere Zeit mit kaltem Wasser in Berührung, färbt sich letzteres gelb unter Zurücklassung eines immer dunkler werdenden, braunen Pulvers. Ohne Zersetzung<sup>1)</sup> lässt es sich leicht mit Alkohol reinigen und nach Verdrängung desselben durch Aether zeigt das Salz, getrocknet, die der Chromsäure eigene, dunkelrothe Farbe mit bläulichem Reflex. Mit concentrirter Salzsäure erwärmt löst sich das Salz unter Chloorentwicklung mit brauner Farbe (Chromat).

Ich theile von verschiedenen Versuchen, die hinsichtlich der quantitativen Zusammensetzung, sowie zur Feststellung der Verbindungsform der einzelnen Bestandtheile angestellt wurden, folgende mit:

1) Die bei  $110^{\circ}$  getrocknete Verbindung gab bei höherer Temperatur unter Schmelzen eine beträchtliche Menge Wasser ab. Direct bestimmt I. 10.114 und II. 10.209 pCt.

2) Der geschmolzene Rückstand erstarrt beim Erkalten zu einer schwarzen, krystallinischen Masse, die sich theilweise mit gelber Farbe bereits in kaltem Wasser löst und die beim Glühen, ohne weitere Gewichtsabnahme zu erleiden, schmilzt. Bestimmt wurde:

	Gesammtglührückstand	Gesammtglühverlust
I. 83.448 pCt.		16.772
43.010 pCt. unlöslicher,		
40.438 pCt. löslicher Substanz darin		
$K_2O = 11.689$ pCt.; $CrO_3 = 29.12$ pCt. gef.		
II. 83.151		16.849.
3) Die Verbindung entwickelt ausser Wasserdampf noch Sauerstoff beim Glühen. Zwei Bestimmungen wurden so ausgeführt, dass die Substanz im reinen Kohlensäurestrom geglüht, der entwickelte Sauerstoff aufgefangen, von Kohlensäure befreit und aus dem Volumen unter Abzug der Wasserdampftension das Gewicht berechnet wurde.		
I.           II.		
6.45	6.49	Gewichtsprocent.

<sup>1)</sup> Ueber sechs Wochen unter 90 prozentigem Alkohol aufbewahrt, zeigte das Salz nach dieser Zeit keine Veränderung.

4) Mit Ammoniak lässt sich die Verbindung glatt derart zersetzen, dass unter Abscheidung von reinem Eisenoxyd alles übrige in die wässerige Lösung übergeht. Aus dieser wurde das Chrom, nach Reduction der Chromsäure, als Oxyd gefällt und das Kalium im Filtrat als Chlorid bestimmt.

Erhalten wurden:

	I.	II.
Fe <sub>2</sub> O	22.018	21.990
K <sub>2</sub> O	11.594	12.667
CrO	55.51	55.09

Auf die Zersetzung mit Wasser, die auch unter Abscheidung eines braunen Pulvers, (besonders schnell beim Kochen) vor sich geht, komme ich an anderer Stelle specieller zu sprechen.

In der folgenden tabellarischen Zusammenstellung gebe ich eine Uebersicht der schon erwähnten Resultate in Verbindung mit einigen, zum Theil indirect bestimmten Daten, welche mir für die Bestimmung obiger Formel von Wichtigkeit schienen.

Versuch	K <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CrO <sub>3</sub>	Glühverlust		Glührückstand	
				O	H <sub>2</sub> O	unlöslich	löslich
1.					I. 10.114 II. 10.209		
2.	11.689 im lösdl. Theil d. Rückstandes		29.12 im lösdl. Theil d. Rückstandes	I. 16.772* II. 16.849*		I. 83.448 43.010 II. 83.151	40.438*
3.				I. 6.45 II. 6.49	10.232* 10.090*	I. 83.418 II. 83.420	
4.	I. 11.594 II. 12.667	22.018 21.990	55.51 55.09		Die mit einem Stern bezeichneten Zahlen sind indirect bestimmt.		

Die Formel K<sub>2</sub>O · CrO<sub>3</sub> · Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · (CrO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> · 4H<sub>2</sub>O verlangt:

$$\text{K}_2\text{O} \dots = 94 \quad 12.912 \text{ pCt.}$$

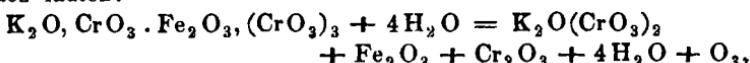
$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \dots = 160 \quad 21.978 \quad -$$

$$4\text{CrO}_3 \dots = 402 \quad 55.219 \quad -$$

$$4\text{H}_2\text{O} \dots = 72 \quad 9.890 \quad -$$

Demnach zersetzt sich die Verbindung beim Erhitzen derart, dass zuerst das Wasser fortgeht, hierauf ein Theil der an Eisen gebundenen Chromsäure an das Kaliumchromat tritt und damit Parachromat bildet, während die restirende Chromsäure in Oxyd übergeht unter Entwicklung von Sauerstoff.

(2CrO<sub>3</sub> = Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + O<sub>2</sub>). Die Zersetzungsgleichung würde demnach lauten:

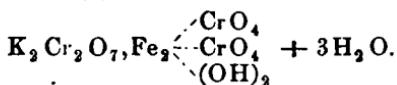


hiernach würde sich berechnen:

Glührückstand ( $K_2Cr_2O_7 + Fe_2O_3 + Cr_2O_3$ ) = 618 = 83.51 pCt.,  
 davon unlöslich ( $Fe_2O_3 + Cr_2O_3$ ) = 313 42.99 pCt.,  
 Glühverlust ( $4H_2O + O_3$ ) = 120 16.49 pCt.,  
 entwickelter Sauerstoff ( $3O$ ) = 48 6.59.

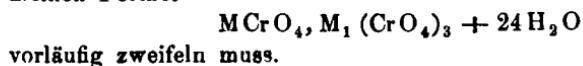
Die Zahlen der Versuchsresultate stimmen hiermit verhältnissmässig gut überein.

Trotzdem liesse sich noch eine andere Formel für das Salz aufstellen, ohne dass dadurch das Zersetzungsergebnis ein anderes wäre, wenn man nämlich annehmen wollte, dass das Parachromat des Glührückstandes schon als solches in der Verbindung enthalten sei, die Formel würde dann lauten:



Ich halte es jedoch für unwahrscheinlich, dass ein basisches Eisenchromat sich dann in der salzauren Lösung bilden kann. Experimentell liesse sich diese Frage zum Theil dadurch entscheiden, wenn es gelänge, aus einem innigen Gemisch von neutralem Kaliumchromat und neutralem Eisenchromat ( $Fe_2(CrO_4)_3$ ) nach dem Glühen ein Parachromat ( $K_2Cr_2O_7$ ) ausziehen zu können. Ein neutrales Eisenchlorid habe ich aber bis jetzt nicht isoliert erhalten können.

In Bezug auf das neue Doppelsalz habe ich hier noch anzuführen, dass dasselbe bis auf den Wassergehalt einem Chromsäurealaun entspricht, dass ich jedoch nach verschiedenen Erfahrungen über die Zersetzbarmut der Chromsäureverbindungen mit schweren Metallen durch Wasser, an der Herstellung wirklicher Alaune nach der allgemeinen Formel



Leiden, Universitätslaboratorium.

### 322. H. Aschenbrandt: Ueber Paradiäthylbenzol aus Paradibrombenzol.

[Mittheilung aus dem Göttinger Universitätslaboratorium von Paul Jannasch.]  
 (Eingegangen am 27. Juni.)

Im Anschluss an frühere Arbeiten von P. Jannasch über die Synthese der aromatischen Kohlenwasserstoffe, des krystallisierten Xylols aus Parabromtoluol und Paradibrombenzol, des Orthoxylols aus Orthobromtoluol, des Paraäthyltoluols, des Trimethylbenzols (Pseudocumols) aus krystallisiertem Bromxylol<sup>1)</sup> und anderer, hat Hr. Aschen-

<sup>1)</sup> Ann. Chem. Pharm. 171, 79; diese Berichte X, 1854; Ann. Chem. Pharm. 170, 117; diese Berichte VII, 1518; Ann. Chem. Pharm. 176, 283.