

Bei der Analyse wurde gefunden C = 55.99pCt. H = 7.29 pCt. Für Aconitsäureäther berechnet sich:

	Berechnet für		Gefunden
	$C_2H_3(COOC_2H_5)_3$		
C ₁₂	144	55.82 pCt.	55.99 pCt.
H ₁₈	18	7.02 -	7.29 -
O ₆	96	— -	— -
	258.		

Ob es wirklich Aconitsäureäther ist, müssen weitere Versuche lehren, da dieser Körper kaum bekannt ist.

Die Einwirkung von Phosphorpentachlorid verläuft ganz analog und bietet keine Vortheile.

Aachen, Techn. Chem. Laboratorium.

425. C. Hensgen: Notiz über die Bildung des Kaliumeisenchromates sowie über die neue entsprechende Ammoniumverbindung $(NH_4)_2CrO_4$, $Fe_2(CrO_4)_3$, $4H_2O$.

(Eingegangen am 13. August.)

Vor Kurzem¹⁾ habe ich mitgetheilt, dass aus der salzsauren Lösung eines Gemisches von Eisenchlorid und Kaliumchromat ein Salz von der Zusammensetzung K_2CrO_4 , $Fe_2(CrO_4)_3$, $4H_2O$ sich ausscheidet.

Dieselbe krystallinische Verbindung erhält man auch bei allmählicher Concentration der gemischten Lösungen von Kaliumbichromat und Eisenchlorid ohne Zusatz von Salzsäure.

	Gefunden			Berechnet
	a.	b.	c.	
K ₂ O	12.59	—	—	12.912
Fe ₂ O ₃	21.93	21.97	—	21.978
CrO ₃	55.32	55.19	—	55.219
H ₂ O	—	—	10.04	9.890.

Ferner wurde erhalten:

Glührückstand	83.63	83.51
Glühverlust	16.37	16.49
entwickelter Sauerstoff .	6.52	6.59.

Ein analog zusammengesetztes Ammoniumsalz wurde aus den gemischten Lösungen von Ammoniumbichromat und Eisenchlorid bei allmählicher Concentration im Vacuum über Schwefelsäure erhalten. Es scheidet sich ebenfalls wie das Kaliumsalz in blättrig krystallinischen Formen von derselben dunkelrothen Farbe ab und ist äusserlich von

¹⁾ Diese Berichte XII, 1300.

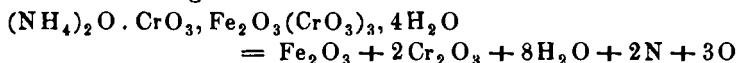
letzterem nicht zu unterscheiden. Beim Behandeln mit kaltem Wasser wird es jedoch schon schnell zersetzt. Dasselbe verhält sich in der Hitze ähnlich wie das Ammoniumchromat¹⁾. Plötzlich sich durch die ganze Masse zersetzend, entwickelt dasselbe eine beträchtliche Menge Wasserdampf, zugleich treten geringe Mengen rother Dämpfe mit auf, die, von einer Oxydation des Stickstoffs herrührend, auch bei der Zersetzung von Ammoniumbichromat schon beobachtet wurden²⁾. Der feinkörnige, schwarze Glührückstand besteht aus den Oxyden des Eisens und Chroms.

Die Verbindung wurde in derselben Weise, wie ich es beim Kaliumsalz angegeben, analysirt. Die Bestimmung des Ammoniaks wurde durch Destillation mit Kalihydrat unter Vorlage von Normal-schwefelsäure ausgeführt.

		Erhalten	
Fe ₂ O ₃ . . .	23.27	22.99	—
CrO ₃ . . .	58.34	58.26	—
NH ₃ . . .	4.9	5.1	
	a.	b.	c.
Glührückstand	70.830	68.13	68.28
Glühverlust .	29.170	31.87	31.72
Wasser . . .	17.26	20.66	20.95.

Die unter a erhaltenen Zahlen stammen von einer bei 100° getrockneten Substanz, bei welcher Temperatur die Verbindung sich dunkler färbt und, nach den erhaltenen Zahlen zu schliessen, schon etwas Wasser verliert.

Die Werthe unter b und c wurden von schwefelsäuretrockener Substanz erhalten. Da bei der Zersetzung des Salzes durch Erhitzen nach der Gleichung



ein Theil des aus der Chromsäure frei werdenden Sauerstoffs an den Wasserstoff des Ammoniaks tritt, so darf es nicht auffallen, dass die Wasserbestimmungen eine höhere und zwar doppelt so grosse Zahl liefern, als sich aus dem Krystallwassergehalt nach der dem Kaliumsalz analogen Zusammensetzung $(NH_4)_2CrO_4, Fe_2(CrO_4)_3, 4H_2O$ berechnen lässt. Mit Rücksicht hierauf stellt sich die procentische Zusammensetzung folgendermaassen:

		Gefunden		Berechnet
Fe ₂ O ₃ . . .	23.27	22.99	—	23.323
(NH ₄) ₂ O . .	7.49	7.79	—	7.580
CrO ₃ . . .	58.34	58.26	—	58.600
H ₂ O . . .	(8.63)	10.33	10.475	10.494

¹⁾ Poggendorff's Annalen 11, 83.

²⁾ Siewert, Jahresbericht 1862, 148.

Ferner erhalten:

Glührückstand	(70.830)	68.13	68.23	67.93
Glühverlust	(29.170)	31.87	31.72	32.07.

Leiden, Universitätslaboratorium.

426. G. L. Ciamician: Ueber das Verhalten des Ammoniakgummiharzes bei der Destillation über Zinkstaub.

[Aus dem 79. Bd. II. Abth. der Sitzungsber. d. Wiener Akad. der Wissensch. im Auszuge mitgetheilt vom Verfasser.]

(Eingegangen am 15. August.)

Im Anschlusse an meine früheren Untersuchungen, beschreibe ich im Folgenden die Produkte, welche aus dem sog. Ammoniakgummiharze bei der Destillation über Zinkstaub entstehen. Es ist dasselbe bekanntlich eines jener Harze, welche beim Verschmelzen mit Aetzkali Resorcin liefern, und es erschien daher von Interesse, zu sehen, in wie weit die Produkte der Zinkstaubreaction mit den Substanzen, die in der Kalischmelze entstehen, zu vergleichen wären.

Das käufliche Harz wurde vom Gummi durch Auflösen in Alkohol getrennt, letzterer abdestillirt, und der so erhaltene Syrup am Wasserbade vom Alkohol vollkommen befreit. In die geschmolzene Masse wurde dann die zehnfache Menge Zinkstaub eingetragen, wodurch dieselbe eine bröcklige Beschaffenheit annimmt und sich so leicht in die Destillationsröhren einfüllen lässt.

Die Destillation führt man nach dem üblichen Verfahren im Wasserstoffstrome aus, und man erhält aus einem Kilogramme des gummifreien Harzes ungefähr 450 ccm eines braunen, aromatisch-ätherisch riechenden Oeles.

Bei einer vorläufigen Untersuchung erwies sich dasselbe als ein Gemenge von aromatischen Kohlenwasserstoffen und einem sauerstoffhaltigen, auf metallisches Natrium sehr heftig reagirenden Körpers.

Zur Reinigung und Trennung der verschiedenen Substanzen konnte trotz vieler, dahin abzielender Versuche nur die Destillation mit Wasserdampf und die fractionirte Destillation angewendet werden. Auf diesem Wege gelang es auch, drei Fractionen zu erhalten, wovon die mittlere zum grössten Theile den sauerstoffhaltigen Körper enthielt, während die zwei anderen vornehmlich aus Kohlenwasserstoffen bestanden.

Ich will zunächst diese mittlere Fraction in der Beschreibung folgen lassen.

Dieselbe wurde aufgefangen zwischen 180° und 200° C. Nach wiederholtem, systematischen Fractioniren gelang es, eine allerdings nur kleine Menge Flüssigkeit abzusondern, die einen constanten, bei 190—192° liegenden Siedepunkt zeigte.