

**168. Karl Seubert: Zur Darstellung der Zinnchlorwasserstoffsäure.**

[Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium der Universität Tübingen.]

(Eingegangen am 16. März.)

Die Zinnchlorwasserstoffsäure wurde vor kurzer Zeit von R. Engel<sup>1)</sup> zum ersten Male dargestellt. Er erhielt durch Sättigen des krystallisierten Pentahydrates des Zinnchlorides,  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , mit gasförmiger Salzsäure eine in Blättern krystallisirende Verbindung der Formel  $\text{H}_2\text{SnCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , die demnach der Platinchlorwasserstoffsäure,  $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , in ihrer Zusammensetzung entspricht.

Ich war, als mir die Arbeit von Engel zur Kenntniß kam, in Gemeinschaft mit Hrn. Schürmann mit Versuchen in gleicher Richtung beschäftigt. Es gelang uns, ein sehr einfaches Verfahren ausfindig zu machen, das in kürzester Zeit beliebige Mengen dieser schönen Verbindung darzustellen gestattet und deshalb hier kurz beschrieben werden mag.

Zu einer gewogenen Menge Zinnchlorid wird die nach dem Verhältnisse  $\text{SnCl}_4 : 6\text{H}_2\text{O}$  berechnete Menge Wasser in Form von starker, reiner Salzsäure zugefügt. 100 Theile Zinnchlorid verlangen 41.64 Theile Wasser, entsprechend 62.15 Theilen 33 procentiger Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1.166. Die Vereinigung beider erfolgt unter starker Erwärmung und Entweichen eines Stromes von Salzsäure. Auf den Kolben, in welchem die Mischung vorgenommen wurde, setzt man nunmehr einen mit Zuleitungs- und Ableitungsrohr versehenen Stopfen und leitet in die Flüssigkeit einen Strom getrockneter, gasförmiger Salzsäure, wobei man durch sanftes Umschwenken des Kolvens die Absorption des Gases möglichst unterstützt. Es müssen bei Einhaltung obiger Vorschrift noch rund 8 Theile Chlorwasserstoff in dieser Form zugeführt werden. Sobald keine Aufnahme von Salzsäure mehr zu bemerken ist, unterbricht man das Einleiten und kühlte den Kolvon durch Einstellen in kaltes Wasser ab. Nach kurzer Zeit beginnt die Krystallisation und bald ist der ganze Inhalt des Kolvons zu einer blätterigen, farblosen Krystallmasse erstarrt; namentlich an der Oberfläche ziehen sich oft breite, glänzende Flächen durch den ganzen Kolvon hin. Mutterlauge wird bei dieser Art der Arbeit gar nicht erhalten; das Product kann sofort geschmolzen und in die zur Aufbewahrung bestimmten Gefäße übergefüllt werden.

Die Analyse der Zinnchlorwasserstoffsäure stösst auf Schwierigkeiten. Einerseits ist die Säure äusserst zerfließlich, andererseits verliert sie an der Luft auch schon bei gewöhnlicher Temperatur Salz-

<sup>1)</sup> Compt. rend. 103, 213.

säure, so dass nach dem Abwägen der Substanz im verschlossenen Röhrchen beim Oeffnen desselben ein Ueberdruck wahrzunehmen ist und Nebel von Salzsäure entweichen. Die Chlorbestimmung fiel daher bei unseren Analysen stets zu niedrig aus. Die zur Analyse dienende Substanz war durch Schmelzen einer grösseren Menge der Verbindung, theilweise Erstarrenlassen und Abgiessen des flüssigen Theiles erhalten worden; die ausgeschiedene Krystallmasse wurde in einem Strome trockener Luft durch Absaugen von anhängender Flüssigkeit befreit und rasch in das zum Abwägen bestimmte Rohr gebracht.

Die Abscheidung des Zinns geschah nach der Methode von Löwenthal durch Ammoniumnitrat, im Filtrate wurde das Chlor durch Silbernitrat gefällt.

	Berechnet	Gefunden		
	für $H_2SnCl_6 \cdot 6H_2O$	I.	II.	III.
Zinn	26.72	26.77	26.77	26.73 pCt.
Chlor	48.34	46.41	46.70	— →

Die Bestimmung des Schmelzpunktes mit controlirtem Thermometer und unter Verwendung einer grösseren Menge Substanz ergab denselben zu  $19.2^{\circ}$ , übereinstimmend mit Engel's Angabe »gegen  $20^{\circ}$ «.

Im zugeschmolzenen Rohre hält sich die Zinnchlorwasserstoffsäure unverändert. Sie besitzt ein ausgezeichnetes Krystallisationsvermögen; unter  $19^{\circ}$  beginnt die Abscheidung der Krystalle an den Wandungen des Rohres und setzt sich schnell durch die ganze Masse fort.

### 169. Karl Seubert: Ueber Zinnbromwasserstoffsäure.

[Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium der Universität Tübingen.]  
(Eingegangen am 16. März.)

Es war zu erwarten, dass durch Anlagerung von Bromwasserstoff an Zinnbromid eine der Zinnchlorwasserstoffsäure entsprechende Bromverbindung erhalten werden könne, welcher die Formel  $H_2SnBr_6 \cdot 9H_2O$  zukommt, entsprechend der von Topsöe dargestellten Platinbromwasserstoffsäure,  $H_2PtBr_6 \cdot 9H_2O$ .

Das zur Darstellung dieser Zinnbromwasserstoffsäure eingeschlagene Verfahren war analog dem bei der Chlorverbindung angewendeten (vgl. die vorstehende Mittheilung). Geschmolzenes Zinnbromid wurde mit soviel 50 prozentiger Bromwasserstoffsäure versetzt, dass auf ein  $SnBr_4 \cdot 9H_2O$  kamen. Auf 100 Theile Zinnbromid sind