

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. Engel¹⁾ zum ersten Male dargestellt. Er erhielt durch Sättigen des krystallisirten 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 33procentiger Salzsäure vom specifischen 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 Kolbens 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 kühlt den Kolben durch Einstellen in kaltes Wasser ab. Nach kurzer Zeit beginnt die Krystallisation und bald ist der ganze Inhalt des Kolbens zu einer blätterigen, farblosen Krystallmasse erstarrt; namentlich an der Oberfläche ziehen sich oft breite, glänzende Flächen durch den ganzen Kolben 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-

¹⁾ 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, theilweises 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 $\text{H}_2\text{SnCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$		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° , übereinstimmend mit Engel's Angabe gegen 20° .

Im zugeschmolzenen Rohre hält sich die Zinnchlorwasserstoffsäure unverändert. Sie besitzt ein ausgezeichnetes Krystallisationsvermögen; unter 19° 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 $\text{H}_2\text{SnBr}_6 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ zukommt, entsprechend der von Topsöe dargestellten Platinbromwasserstoffsäure, $\text{H}_2\text{PtBr}_6 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$.

Das zur Darstellung dieser Zinnbromwasserstoffsäure eingeschlagene Verfahren war analog dem bei der Chlorverbindung angewendeten (vgl. die vorstehende Mittheilung). Geschmolzenes Zinnbromid wurde mit soviel 50 procentiger Bromwasserstoffsäure versetzt, dass auf ein $\text{SnBr}_4 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ kamen. Auf 100 Theile Zinnbromid sind