Zoll Durchmesser absorbirt an der Luft, während der kurzen Zeit, die zur Entfernung des Chinons nöthig ist, je nach dem Feuchtigkeitszustande der Atmosphäre 12–30 und mehr Milligramme Feuchtigkeit.

Es ist klar, dass wenn das Filtergewicht sich auf diese Art um x Gewichtstheile vermehrt, ebenso viele Gewichtstheile Chinon zu wenig gefunden werden. — Auch aus diesem Grunde empfiehlt es sich in Platin oder leichten Porzellanschalen zu wiegen.

Höchst a. M. Laboratorium der Herren Meister,
Lucius & Brüning.

Ueber eine molekulare Verbindung von Untersalpetersäure mit phosphorsaurer Magnesia.

Von

Dr. E. Luck.

Vor einigen Jahren machte ich die Beobachtung, dass, wenn man pyrophosphorsaure Magnesia, um dieselbe weiss zu erhalten, im Platin-tiegel in Salpetersäure löst und dann über sehr schwacher Flamme verdampft, der Tiegelinhalt eine braune Farbe annimmt und erst bei dunkler Rothglühhitze in blendendweisse pyrophosphorsaure Magnesia unter Entwicklung von Untersalpetersäure übergeht.

Herr Geh. Hofrath Fresenius erwähnt in der 6. Auflage seiner Anleitung zur quantitativen Analyse diese Beobachtung bei Besprechung der Eigenschaften der pyrophosphorsauren Magnesia.

Nachdem ich nun Zeit und Gelegenheit gefunden, diese Erscheinung näher zu studiren, theile ich in Nachstehendem die Resultate mit.

1) Darstellung der Verbindung.

Pyrophosphorsaure Magnesia wird in Salpetersäure v. 1,25 sp. G. gelöst und die Lösung längere Zeit behufs Ueberführung der Pyrophosphorsäure in Orthophosphorsäure nahe der Siedhitze gehalten. Man dampft sodann die Flüssigkeit auf dem Sandbade zur Trockne und erhält so einen weissen, gummösen, gesprungenen Rückstand von saurer Beschaffenheit. Dieser wird nun, gröblich zerrieben, längere Zeit etwas stärker erhitzt, bis das Pulver rostbraun geworden ist und keine sauren Dämpfe mehr weg-

gehen. Diese letztere Erhitzung kann zwar bei hinreichender Vorsicht auch auf dem Sandbade oder mit einer Rundbrennerlampe geschehen, doch ist es besser, dieselbe in einem Paraffinbade vorzunehmen und dabei genau darauf zu achten, dass die Temperatur, nachdem die Braunfärbung an dem Boden des Kölbchens begonnen, nicht höher steigt. Man operire ferner nur mit kleineren Quantitäten von einigen Grammen. Beobachtet man diese Vorsichtsmaasregeln nicht, so gehen geringe Mengen der Verbindung in pyrophosphorsaure Magnesia über, während gleichzeitig noch unveränderter Abdampfungsrückstand vorhanden sein kann.

So dargestellt erscheint die Verbindung als ein krystallinisches Pulver von bei gewöhnlicher Temperatur weissgelber, bei höherer Temperatur von rostbrauner Farbe. Beim Erkalten nimmt das rostbraune Pulver schnell wieder seine gelbliche Färbung an, welche durch Erhitzen wiederholt wieder in die braune übergeführt werden kann, insofern die Temperatur nicht zu hoch gestiegen war. Doch findet hierbei immer eine kleine Zersetzung statt, weshalb das Pulver immer weniger starke Färbung beim Erhitzen annimmt.

Wird die Verbindung in einer trocknen Proberöhre stärker erhitzt, so gibt sie Wasser und Untersalpetersäure aus, während pyrophosphorsaure Magnesia zurückbleibt. In Wasser ist der Körper fast unlöslich, doch wird befeuchtetes Lackmuspapier durch ihn geröthet.

In Säuren löst er sich unter Aufbrausen und Entwicklung rother Dämpfe. Aus Jodkaliumlösung macht die Verbindung noch Zusatz von verdünnter Schwefel- oder Salzsäure Jod frei und mit Eisenvitriol gibt sie die bekannte olivenbraune Färbung. In Salpetersäure kalt gelöst und sofort mit Molybdänlösung versetzt, entsteht alsbald eine reichliche Fällung von phosphormolybdänsaurem Ammon.

Es folgt aus diesen Reaktionen, dass die Verbindung ausser Magnesia, Orthophosphorsäure, Untersalpetersäure und Wasser enthält.

Die Analyse wurde in der Art ausgeführt, dass zur Bestimmung des Wassers die Verbindung in einer Glasröhre mit vorgeschichtetem metallischem Kupfer zum Glühen erhitzt wurde, während ein langsamer Strom trockner Luft die Wasserdämpfe durch eine Chlorcalciumröhre transportirte. Der Stickstoff wurde volumetrisch unter Anwendung einer langen Schicht glühenden Kupfers bestimmt.

Magnesia und Phosphorsäure ergaben sich aus dem Gewichte der beim Glühen rückbleibenden pyrophosphorsauren Magnesia.