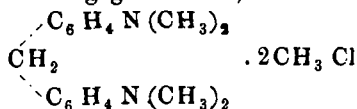


Ammoniumchlorür. Dasselbe wurde erhalten durch Behandeln des Ammoniumjodürs mit frisch gefälltem Chlorsilber, es krystallisiert in Nadeln, die sich in Wasser leicht lösen.

Eine Chlorbestimmung gab Zahlen, die für die Formel



stimmen.

	Berechnet	Gefunden
Cl	20.0 pCt.	20.38 pCt.

Löst man die Base in Alkohol und fügt zu der mit Salzsäure angesäuerten Lösung eine concentrirte Lösung von Natriumnitrit, so entstehen gelbe Flocken, die beim Umkrystallisiren aus Alkohol in langen, gelben Nadeln erhalten werden. Der Schmelzpunkt derselben liegt bei 165° C. Die Verbrennung der Verbindung, die offenbar eine Nitrosoverbindung ist, hat bis jetzt noch keine übereinstimmenden Zahlen ergeben.

Die Bildung basischer Körper bei der Einwirkung von Sulfochloriden auf Dimethylanilin scheint eine allgemeine Reaction zu sein. Versuche, die bis jetzt mit Benzol-, Toluol-, α - und β -Naphtalin-sulfochlorid angestellt worden sind, haben immer das Vorhandensein basischer Körper ergeben, die, soweit wir bis jetzt constatiren konnten, mit Tetramethyldiamidodiphenylmethan identisch zu sein scheinen. Dieselbe Base entsteht ferner noch bei der Einwirkung von Fünffachchlorphosphor auf Dimethylanilin.

Auch durch Einwirkung von concentrirter Schwefelsäure bei hoher Temperatur auf Dimethylanilin hat der eine von uns in Gemeinschaft mit Hrn. Salathé eine basische Verbindung erhalten, worüber in Bälde näher berichtet werden wird.

Zürich, V. Meyer's Laboratorium.

287. W. Demel: Zur Kenntniss der Phosphate des Zinks.

[Auszug aus einer d. k. k. Akad. d. Wissensch. zu Wien vorgelegten Abhandlung.]
(Eingegangen am 9. Mai; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

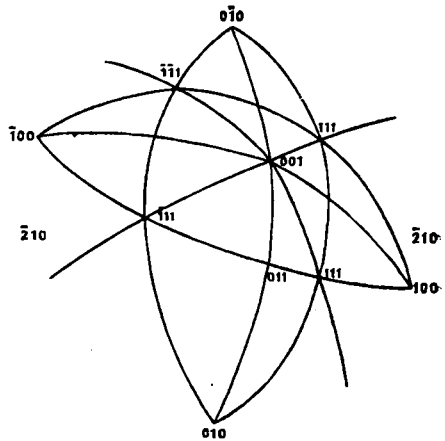
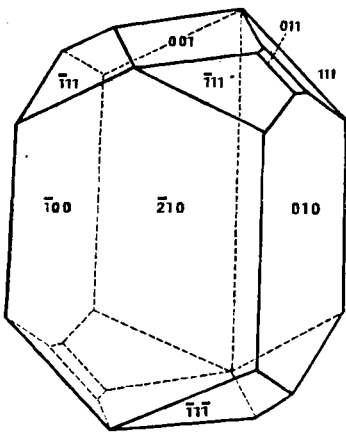
Die vorliegende Mittheilung verdankt ihre Entstehung einer von mir ausgeführten Analyse einer Zahnplombe, welche seit einiger Zeit Verwendung gefunden hat. Dieselbe besteht 1) aus einer krystallinischen, weissen, weichen Masse und 2) aus einem lichtgrauen Pulver. Letzteres erwies sich hauptsächlich als Zinkoxyd, während die krystallinische Masse zu Folge der Analyse einen Gehalt an etwa 20 pCt. ZnO und 53 pCt. P₂O₅ nebst Wasser besitzt, und daher als ein saures Zinkphosphat angesehen werden kann.

Diese Verhältnisse veranlassten mich, die Darstellung der sauren Zinksalze der Phosphorsäure zu versuchen, umso mehr als über diese Verbindungen nur eine Angabe von Wenzel ¹⁾ vorliegt.

Wenzel erhielt ein saures, phosphorsaures Zinkoxyd als gummiartige Masse durch Auflösen von Zink, kohlensaurem oder phosphorsaurem Zinkoxyd in überschüssiger Säure; die chemische Zusammensetzung dieser Substanz wurde von ihm nicht angegeben.

Ich versuchte die Darstellung auf folgende Weise. In eine wässrige Auflösung von *Acid. phosphor. glac. puriss.* von beliebiger Concentration trug ich unter Erwärmen auf dem Wasserbade Zinkoxyd ein und bemerkte, dass hiervon nur verhältnissmässig wenig durch die Säure aufgelöst wurde. (Auf 100 g feste Phosphorsäure verbrauchte ich nur 10 g Zinkoxyd.) Etwas ungelöstes Zinkoxyd trennte ich durch Filtration und concentrirte das Filtrat auf dem Wasserbade bis zur Syrupconsistenz. Nach 12stündigem Stehen hatten sich schön ausgebildete, wasserhelle Krystalle ausgeschieden, welche nach einigen Tagen die Länge von 1 cm erreichten. Die Mutterlauge hatte bei 16° C. das specif. Gew. 1.51. Diese Krystalle erwiesen sich, nachdem sie durch Abtrocknen mit Filtrirpapier von der anhaftenden Mutterlauge befreit waren, als luftbeständig.

Hr. L. Ditscheiner hatte die Güte, die Krystalle einer Messung zu unterziehen, wobei er zu dem Resultate kam, dass dieselben triklin sind und die in beistehender Figur dargestellte Form zeigen.



Triklin (zweifach schiefsprismatisch)

$$a : b : c = 1 : 0.62491 : 0.71196.$$

$$XY = 110^{\circ} 8' \quad XZ = 92^{\circ} 38' \quad YZ = 72^{\circ} 28'$$

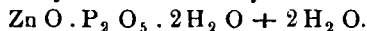
Beob. Flächen: 100. 010. 001. 111. $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$. $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$. $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$. 011. $\bar{2}\bar{1}\bar{0}$.

¹⁾ Gmelin's Handb. d. anorg. Chem. (1875) III, 16.

	Beob.	Ber.		Beob.	Ber.
			010.100 =	69°42'	*
			100.010 =	107 42	•
			100.001 =	93 42	•
			111.001 =	69 27	*
			111.010 =	49 38	•
$\bar{1}11.011 =$	35° 1'	34°27'	111.010 =	46 2	45°50'
001.011 =	—	61 17	$\bar{1}11.\bar{1}11 =$	86 57	87 0
$\bar{1}11.010 =$	59 58	59 56	$\bar{1}11.001 =$	47 40	47 32
$\bar{1}11.\bar{1}00 =$	—	84 8	$\bar{1}11.\bar{1}00 =$	54 50	55 5
$\bar{1}11.111 =$	56 30	56 14	$\bar{1}11.0\bar{1}0 =$	33 5	33 4
$\bar{1}11.100 =$	106 6	105 52.	$\bar{1}11.0\bar{1}0 =$	43 5	43 12.
			Beob.	Ber.	
			$\bar{1}11.100 =$	82°15'	82°36'
			$\bar{1}11.\bar{1}11 =$	42 30	42 19
			$\bar{1}11.111 =$	90 52	90 58
			$\bar{1}11.001 =$	40 40	40 13
			$\bar{2}10.010 =$	62 18	62 21
			$\bar{2}10.001 =$	100 28	100 22
			$\bar{2}10.\bar{1}00 =$	47 48	47 57

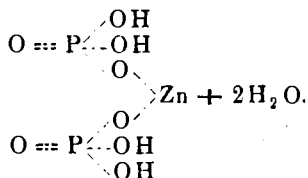
Mit Wasser übergossen, zersetzen sich die Krystalle; von Alkohol und Aether werden sie nicht verändert, von verdünnter Salzsäure jedoch leicht aufgelöst. Bei 100° C. getrocknet, schmelzen die Krystalle an den Kanten und verlieren hierbei 1.15—1.86 pCt. Wasser. Zum Behufe der quantitativen Analyse wurden die Krystalle zerrieben, mit Aether gewaschen, und das Pulver nach 24stündigem Trocknen über Schwefelsäure im luftverdünnten Raume in verdünnter Salzsäure gelöst. Das Zink wurde als ZnS und ZnO nach den bekannten Methoden bestimmt, die Phosphorsäure als $Mg_2P_2O_7$ gewogen, und die Wasserbestimmung durch Verbrennen der Substanz mit Bleioxyd ausgeführt.

Wenn man aus den erhaltenen Zahlen eine Formel berechnet, so ergibt sich, dass ein Theil des vorhandenen Wassers als Krystallwasser, ein anderer Theil aber als Constitutionswasser vorhanden sein muss. Die Zahlen entsprechen am Besten dem zweifachsauren orthophosphorsäuren Zinkoxyd mit 2 Mol. Krystallwasser:



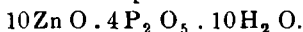
	Gefunden				Berechnet
	I.	II.	III.	IV.	
ZnO	27.29	27.39	—	—	27.45
P ₂ O ₅	48.46	48.40	—	—	48.13
H ₂ O	—	—	24.83	24.68	24.42
					<hr/> 100.00. <hr/>

Die Constitution dieses Salzes kann ausgedrückt werden durch die Formel:



Uebergiesst man die eben beschriebenen Krystalle mit wenig Wasser (dem 2—3fachen Vol. der Substanz), so zersetzen sie sich, wie oben bemerkt wurde, indem das Wasser Phosphorsäure aufnimmt; es erfolgt Ausscheidung eines weissen, krystallinischen Pulvers, welches gewaschen und über Schwefelsäure getrocknet wurde. Diese Substanz ist nicht in Wasser, wohl aber in verdünnter Salzsäure löslich, verliert, bei 100° getrocknet, 1.58—1.73 pCt. Wasser, und verändert sich selbst bei höherer Temperatur (280° C.) ihrem Aeusseren nach nicht, obzwar sich hierbei ein Gewichtsverlust von 10.03 pCt. ergibt. Dasselbe Produkt entsteht auch bei Einwirkung von heissem Wasser auf das zweifachsaure phosphorsaure Zinkoxyd.

Die analytischen Daten entsprechen der Formel:



	Gefunden						Berechnet
	I.	II.	III.	IV.	V.	VI.	
ZnO	51.64	52.39	51.66	—	—	—	51.98
P ₂ O ₅	36.68	37.12	36.78	—	—	—	36.45
H ₂ O	—	—	—	12.50	12.24	11.74	11.57
							100.00.

Mit III. und VI. sind hier die Analysen der mit heissem Wasser erzielten Substanz bezeichnet.

Da diese Substanz nur als ein krystallinisches Pulver erhalten wurde, so ist es mir nicht möglich, auf Grund der gemachten Analysen zu entscheiden, ob dieselbe aus verschiedenen Phosphaten besteht oder aber eine chemische Verbindung ist.

Wien, Laborat. d. Prof. A. Bauer a. d. k. k. techn. Hochschule.

288. Gottlieb Stein: Zur Analyse des Türkischrothöles.

(Eingegangen am 9. Juni; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Bekanntlich ist man im Stande, das Türkischrothöl (ricinusölsulfosaures Ammon und pyroterebinsulfosaures Ammon) mit ganz enormen Quantitäten Wasser zu vermischen, ohne dass das Oel dadurch seine früheren Eigenschaften und sein Ansehn verändert. Auf gewöhnliche Weise durch Wasserbestimmung oder durch vergleichende Ausfärbungen