

## VI.

## Ueber die pikrinsalpetersauren Salze.

Von

**R. F. Marchand.**

(Fortsetzung der in Bd. XXIII. S. 375 abgebrochenen Abhandlung.)

8) *Pikrinsalpetersaures Kupferoxyd.*

Durch Kochen einer wässerigen Auflösung der Pikrinsalpetersäure mit reinem kohlensaurem Kupferoxyd erhält man unter Kohlensäure - Entwicklung eine grünlich - braune Flüssigkeit, welche ohne bedeutende Efflorescenz zu einer krustenartigen Masse an der Luft eintrocknet, die nur Spuren von Krystallisation zeigt. Diese Salzmasse, welche 16,5 Proc. Kupferoxyd enthält, ist keine reine chemische Verbindung, sondern nur ein Gemenge eines neutralen und eines basischen Salzes.

Von dem basischen Salze wird die Verbindung befreit durch Auskochen mit absolutem Alkohol. In diesem ist das auch in Wasser ziemlich leicht auflösbare neutrale Salz allein löslich, während das basische zurückbleibt und nun in Wasser für sich gelöst werden kann. Dampft man die alkoholische Lösung vorsichtig im Wasserbade bis zur Krystallhaut ein, so scheidet sich in der Flüssigkeit kleine grüne Krystallnadeln von grossem Glanze aus, welche das neutrale Salz darstellen. Die getrennte Mutterlauge liefert stets Krystalle von derselben Zusammensetzung und bildet endlich einen Sirup, der bei starkem Umrühren plötzlich zu einer festen Masse erstarrt.

An der Luft verwittern die Krystalle, was schon Liebig von dieser Verbindung anführt. Einer Temperatur von 110° C. anhaltend ausgesetzt, sintert das Salz zusammen, während es Wasser verliert, und schmilzt nach einiger Zeit zu einer braunen Masse, welche beim Auflösen die ursprünglichen grünen Krystalle liefert.

0,510 Grm. verloren dabei 0,0583 Gr. oder 11,44 Proc. H. Weiter bis auf 150° erhitzt, nimmt der Gewichtsverlust fortwährend zu, Wasser geht weiter fort, jedoch, wie bei dem früher beschriebenen Barytsalze, immer begleitet von einer kleinen Menge Säure, so dass ein Theil des Salzes sich in ein basisches

umwandelt, indem noch 4 — 5 Proc. an Verlust entstehen. Noch weiter erhitzt, bildet das Salz ein Gemenge von neutralem und basischem Salze, welches 18 — 24 Proc. Kupferoxyd und darüber enthält. Zuletzt detonirt es mit schwacher Explosion, mit sehr dunkelrother Flamme und unter Entwicklung einer Menge von Rauch, zugleich eine Flüssigkeit bildend, welche mit Boutin's Cyanyl verwandt oder identisch zu sein scheint. Salpetrige Säure, Cyan und Blausäure sind unter den Zersetzungsproducten deutlich wahrzunehmen. Die Analyse wies nach, dass das Salz gleichfalls 5 At. Wasser enthält, eine Menge, welche bei den Pikrintraten gewöhnlich ist.

0,5115 Grm. gaben 0,068 Gr. CuO = 13,29 Proc. CuO.

0,5575 Grm. gaben 0,4970 Gr. CO<sub>2</sub>; 0,1255 Gr. H<sub>2</sub>O.

24,31 Proc. C, 2,50 Proc. H.

Da das Salz so geneigt ist, salpetrige Säure zu bilden, so fällt der Kohlenstoffgehalt bei der Analyse leicht ein wenig zu hoch aus. Die Zusammensetzung giebt die Formel:

C <sub>12</sub>	=	900,00	23,64	24,31
H <sub>14</sub>	=	87,5	2,30	2,50
N <sub>6</sub>	=	525,0	13,79	
O <sub>18</sub>	=	1800,0	47,27	
CuO	=	495,5	13,00	13,29
		3808,0	100,00.	

5 At. Wasser betragen 14,77 Proc.; 4 At. hingegen 11,61 Procent.

Das aus dem Alkohol angeschossene und in Wasser umkrystallisirte Salz hat dieselbe Zusammensetzung und zeigt im Verhalten keine Verschiedenheit.

#### 9) *Pikrinsalpetersaures Kobaltoxyd.*

Auf dieselbe Weise wie das so eben beschriebene Kupferoxydsalz wird das Kobaltoxydsalz erhalten, welches gleichfalls zur vollständigen Reinigung in Alkohol umkrystallisirt werden muss. In deutlichen, bestimmbaren, gelblich-braunen Krystallen schießt es aus der wässrigen Lösung an. Beim Erhitzen zeigt es fast dieselben Eigenschaften wie das Kupferoxydsalz; es verliert jedoch sein Krystallwasser schon bei 100° — 110° C. vollständig unter Schmelzen der Masse. Höher erhitzt, detonirt es

zischend und unter Umherschleudern und Sprühen der Masse mit blendend weissem Lichte.

Das krystallisirte Salz wurde der Analyse unterworfen.

0,567 Gr. gaben 0,690 Gr. Kobaltoxyd = 12,17 Proc.

0,505 Gr. gaben 0,453 Gr. CO<sub>2</sub> und 0,121 Gr. H<sub>2</sub>O.

24,46 Proc. C, 2,66 Proc. H.

Diess führt zu der Formel: C<sub>12</sub> H<sub>14</sub> N<sub>6</sub> O<sub>18</sub> + CoO. Es enthält also 5 At. Krystallwasser. Diese betragen 14,87 Proc.

1,307 Gr. verloren bei 110° 0,188 Gr. Aq oder 14,40 Proc.

Die berechnete Zusammensetzung giebt:

CoO =	469,0	12,40	12,17
C <sub>12</sub> =	900,0	23,80	24,46
H <sub>14</sub> =	87,5	2,31	2,66
N <sub>6</sub> =	525,0	13,89	
O <sub>18</sub> =	1800,0	47,60	
	<hr/>		
	3781,5	100,00.	

#### 10) Pikrinsalpetersaures Nickeloxyd.

Dem Kobaltoxyd sehr ähnlich, jedoch durch eine ausgezeichnet schöne grüne Farbe von diesem sich unterscheidend, erhält man die durchsichtigen, sehr wohl bestimmbaren Krystalle des Nickeloxysalzes durch Auflösen des kohlsauren Oxyds in freier Säure, Filtriren und Abdampfen. Beim Abdampfen, am besten durch Selbstverdunstung, erhält man in der Mitte der Flüssigkeit die glänzenden, schön ausgebildeten Krystalle von heller grüner Farbe, während am Rande der Schale sich gelblich-braune Efflorescenzen zeigen, die baumartig über das Gefäss weit herauswachsen. Auch der Rand der Flüssigkeit ist mit kaum krystallisirten fadenartigen Massen umgeben. Augenblicklich erkennt man, dass beide Partien des Salzes verschieden sind; sie unterscheiden sich durch ihren Wassergehalt. Man kann sich sogleich davon überzeugen, indem man das grüne Salz in einem Röhrchen erhitzt, wobei es unter Wasserabgabe sich in die gelbbraune Verbindung umändert. Die grünen Krystalle, welche einen den Uransalzen ähnlichen Dichroismus besitzen, sind so unbeständig, dass sie schon beim Liegen an der Luft, wenige Stunden nachdem sie aus der Mutterlauge herausgenommen sind, von selbst, selbst in einer nicht ganz trocknen Atmosphäre, sich in die braune Verbindung umwandeln.

0,487 Gr., welche schon einige braune Flecken enthielten, verloren über Schwefelsäure, wo die Veränderung in sehr kurzer Zeit vor sich geht, 0,037 Gr. Wasser oder 7,60 Proc. Auch in verschlossenen Gefässen tritt dieser Wasserverlust ein; nur in feuchten Gläsern lässt sich das grüne Salz längere Zeit aufbewahren.

Werden die braungewordenen Krystalle bis zu 130° erhitzt, so verlieren sie noch mehr Wasser.

0,546 Gr. gaben dabei 0,064 Gr. Wasser oder 11,72 Proc.

Bis zu 160° — 180° erhitzt, verliert das Salz nun nichts mehr. Dann aber geht wasserhaltige Säure fort, ein basisches Salz bildet sich, das Salz schmilzt, und bald darauf explodirt es mit ziemlicher Heftigkeit und schöner, blendend weisser Flamme.

0,482 Gr. des zu 160° erhitzten Salzes wurden in Wasser gelöst und durch kaustisches Kali gefällt. Ein brauner Niederschlag, welcher nicht die geringste Aehnlichkeit mit dem frischgefällten Nickeloxyd hatte, entstand. Dieser hielt mit der grössten Hartnäckigkeit pikrinsalpetersaures Kali zurück und konnte von demselben nicht befreit werden. Der Niederschlag wurde nochmals in Salzsäure gelöst und nochmals durch Kali gefällt, wobei ein gelbes, Pikrinsalpetersäure haltendes Waschwasser und ein apfelgrünes Nickeloxyd erhalten wurde. Diess betrug 0,069 Gr. oder 14,11 Proc. NiO.

0,686 Gr., auf dieselbe Weise zerlegt, gaben 0,097 Gr. Nickeloxyd oder 14,14 Proc. Das Salz war bei 130° getrocknet. 0,801 Gr. gaben, mit Kupferoxyd verbrannt:

0,802 Gr. CO<sub>2</sub> und 0,109 Gr. H<sub>2</sub>O.

27,30 Proc. C, 1,50 Proc. H.

Daraus folgt die Zusammensetzung der verschiedenen wasserhaltigen Salze:

Pi Ni + 8 Aq für das grüne Salz,

Pi Ni + 5 Aq für das braune verwitterte Salz,

Pi Ni + Aq für das bis 160° erhitzte Salz.

Diese Zusammensetzungen geben folgende Zahlen:

1) Pi	=	2750	66,75			Gef.
NiO	=	469,6	11,41			
H <sub>2</sub>	=	800,0	21,84	3 At.	=	8,19 7,60
		<u>4019,6</u>	<u>100,00.</u>			



auf 0,188 Gr. oder 12,14 Proc. Dabei war jedoch ein wenig Säure mit fortgegangen. Das krystallisirte Salz, welches fast noch seinen ganzen Wassergehalt besass, wurde bis auf 140° erhitzt, wobei 1,032 Gr. 0,178 Gr. Wasser oder 17,24 Proc. abgaben.

Wird die Erwärmung weiter gesteigert, so beginnt unter Aufblähen eine lebhafte Wasser- und Säureentwicklung; das Salz detonirt endlich, mit sehr heller Flamme, aber ohne besondere Heftigkeit. Unmittelbar oder in Papier gewickelt in die Lichtflamme gebracht, entzündet es sich und fliegt mit grosser Geschwindigkeit brennend in der Luft umher, starken, schwarzen Rauch dabei austossend. In heissem Wasser schmilzt das wasserfreie Salz zu einer braunen Flüssigkeit; wird es mit einem Stabe umgerührt, so erstarrt es zu einer gelben krystallinischen Masse, indem es Wasser aufnimmt. In Alkohol ist das Salz leicht löslich; es lässt sich die Lösung stark eindampfen, ohne zu krystallisiren, so dass es einen dicken Sirup bildet. Wird dann das Gefäss etwas erschüttelt, so krystallisirt es, zu vielen durchsichtigen Nadeln erstarrend.

Das im luftleeren Raume über Schwefelsäure getrocknete Salz wurde der Analyse unterworfen.

0,8175 Gr. wurden durch kohlensaures Natron niedergeschlagen, der Niederschlag in Salpetersäure gelöst und nochmals gefällt; das Waschwasser hielt Pikrinsalpetersäure, obwohl der erste Niederschlag sehr lange mit heissem Wasser ausgesüsst worden war. Es wurden 0,111 Gr. Zinkoxyd erhalten, oder 13,57 Proc. Versäumt man die Vorsicht, das Oxyd zweimal zu fällen, so bekommt man es stets natronhaltig, jedoch ohne ein constantes chemisches Verhältniss.

0,659 Gr. gaben bei der Verbrennung 0,563 Gr. CO<sub>2</sub> und 0,150 Gr. H<sub>2</sub>O oder 23,30 Proc. C, 2,52 Proc. H.

Daraus folgt für die Zinkoxydverbindungen eine ähnliche Reihe wie für die Nickeloxydsalze.

- 1)  $\bar{\text{P}}\text{i ZnO} + 8 \text{ Aq}$ , das krystallisirte Salz,
- 2)  $\bar{\text{P}}\text{i ZnO} + 5 \text{ Aq}$ , das im Vacuum entwässerte Salz,
- 3)  $\bar{\text{P}}\text{i ZnO} + 2 \text{ Aq}$ , das bei 100° getrocknete Salz,
- 4)  $\bar{\text{P}}\text{i ZnO} + 1 \text{ Aq}$ , das bis 140° erhitzte Salz.

Die drei Atome, welche das krystallisirte im Vacuum verliert, betragen 8,12 Proc., gefunden 8,00 Proc.; bei 100° verliert das getrocknete Salz 3 At. oder 8,83 Proc., gefunden 9,3 Proc.; bis 140° erhitzt, giebt das im Vacuum getrocknete noch 4 At. ab, oder 11,79 Proc., gefunden 12,14 Proc. Bis zu 140° erhitzt, giebt das krystallisirte Salz 7 At. ab, oder 18,96 Proc. Der Versuch gab nur 17,24 Proc., da ein kleiner Theil des Salzes schon an der Luft verwittert war.

Das über Schwefelsäure getrocknete Salz wurde zusammengesetzt gefunden aus:

C <sub>12</sub>	=	900,0	23,59	23,30
H <sub>14</sub>	=	87,5	2,29	2,52
N <sub>6</sub>	=	525,0	13,76	
O <sub>18</sub>	=	1800,0	47,17	
ZnO	=	503,0	13,18	13,57
		<hr/>		
		3815,5	100,00.	

Das bei 140° getrocknete Salz wurde zur Controle analysirt.

0,970 Gr. lieferten 0,139 Gr. Zinkoxyd oder 14,33 Proc.

Demnach enthält dasselbe:

1 At. Säure	2750,0	81,72
1 At. Zinkoxyd	503,0	14,94
1 At. Wasser	112,5	3,34
	<hr/>	
	3365,5	100,00.

## 12) Pikrinsalpetersaures Manganoxydul.

Die braunen Krystalle, welche dieses Salz darstellen, scheinen gleichfalls 8 At. Wasser zu enthalten, von denen 3 sehr schnell an der atmosphärischen Luft abgegeben werden. Das Salz zeigt ähnliche Erscheinungen wie das Zinkoxydsalz.

0,536 Gr. des lufttrockenen Salzes gaben 0,068 Manganoxyduloxyd oder 0,06326 Gr. Manganoxydul. Diess sind 11,80 Proc. Beim Fällen des Oxyduls muss gleichfalls der Niederschlag noch einmal aufgelöst und dann noch einmal gefällt werden.

Die Formel  $\bar{\text{P}}\text{i MnO} + 5 \text{Aq}$  verlangt 11,83 Proc.

Das bis zu 130° erhitzte Salz wurde analysirt.  
0,482 Gr. gaben 0,070 Gr. Manganoxyduloxyd oder 13,50 Proc.  
Manganoxydul.

0,510 Gr. gaben 0,508 Gr. CO<sub>2</sub> und 0,064 Gr. HO.  
27,19 Proc. C, 1,40 Proc. H.

Die berechnete Formel stimmt hiermit wohl überein:

C <sub>12</sub>	=	900,0	27,20	27,19
H <sub>6</sub>	=	37,5	1,13	1,40
N <sub>6</sub>	=	525,0	15,87	
O <sub>14</sub>	=	1400,0	42,32	
MnO	=	446,0	13,48	13,50
		3308,5	100,00.	

### 13) Pikrinsalpetersaures Silberoxyd.

Dieses Salz ist von Dumas und Laurent untersucht worden\*). Man erhält es durch Zerlegung des pikrinsalpetersauren Ammoniaks mit salpetersaurem Silberoxyd, oder Auflösen des kohlen-sauren Salzes in freier Säure.

Dumas nimmt das Salz wasserfrei an, indess Laurent ihm 1 At. Wasser zuschreibt, welches bei 100° ausgeschieden würde. Ich fand, dass 0,510 Gr. bei 100° im Vacuum 0,016 Gr. verloren, diess entspricht allerdings 1 At. Wasser. Ausserdem stimmen Dumas's Analysen sehr mit der Zusammensetzung des wasserhaltigen Salzes.

0,420 Gr. gaben mir 0,178 Gr. Chlorsilber oder 31,9 Proc. Ag.

Die Formel kann also für das Salz durch  $\bar{\text{P}}\text{i AgO} + \text{Aq}$  ausgedrückt werden. Sie giebt:

			1. D.	2.	L.
C <sub>12</sub>	=	900,0	20,87	21,10	20,98
H <sub>6</sub>	=	37,5	0,87	1,11	0,85
N <sub>6</sub>	=	525,0	12,17		
O <sub>15</sub>	=	1500,0	34,78		
Ag	=	1350,0	31,31	31,8	31,08
		4312,5	100,00.		

Dumas's Analysen, nach der neuen Zusammensetzung der Kohlensäure berechnet, und Laurent's sind hinzugefügt.

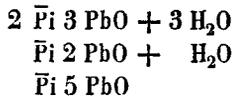
\*) Dies. Journ. XXIV. S. 216 und XXV. S. 428.

1 At. Wasser beträgt 2,60 Proc. und gefunden sind 3,13 Proc. Laurent fand 2,20 Proc.

Die Eigenschaften des Salzes sind aus frühern Untersuchungen bekannt.

#### 14) Pikrinsalpetersaures Bleioxyd.

Die Verbindungen der Pikrinsalpetersäure mit dem Bleioxyd sind sehr zahlreich. Laurent hat deren drei analysirt, welche er nach der Formel



zusammengesetzt fand. Ich habe ausser diesen noch einige andere dargestellt.

#### 1. Das zweifach-basische Salz.

Setzt man zu pikrinsaurem Ammoniak neutrales essigsäures Bleioxyd, so entsteht ein gelber, aus talkähnlichen glänzenden Schüppchen bestehender Niederschlag, welcher durch Erhitzung und durch Schlag sehr heftig explodirte.

0,449 Gr., über Schwefelsäure im Vacuum getrocknet, gaben 0,3025 schwefelsaures Bleioxyd oder 49,48 Proc. Bleioxyd. Laurent, welcher dieses Salz gleichfalls analysirt hat, fand bei 100° C. einen Verlust von 1,6 Proc.; dieser erreicht nicht ganz ein Aequivalent Wasser, doch stimmt die gefundene Bleioxydmenge mit der Formel  $\bar{\text{P}}\text{i} 2 \text{PbO} + \text{H}_2\text{O}$  gut überein. Diese giebt nämlich:

$\bar{\text{P}}\text{i}$	=	2750,0	48,67	Gef.	
2 PbO	=	2788,0	49,34	49,48	
1 Aq	=	112,5	1,99		1,66
		5650,5	100,00.		

Bis 130° erhitzt, verliert das Salz sein Krystallwasser vollständig.

0,575 Gr., durch Schwefelsäure zerlegt, lieferten 0,393 Gr. schwefelsaures Bleioxyd oder 50,26 Proc. Bleioxyd.

Diese Zusammensetzung giebt:

1 $\bar{\text{P}}\text{i}$	=	2750	49,68
2 PbO	=	2788	50,32
		5538	100,00.

2. *Das wasserfreie dreibasische Salz.*

Setzt man zu einer heissen concentrirten Auflösung von pikrinsaurem Kali neutrales essigsäures Bleioxyd, dem man ein wenig Ammoniak zugefügt hatte, kochend hinzu, so fällt ein gelbrothes, krystallinisches Pulver nieder, welches sich sehr schwer und fast gar nicht in siedendem Wasser auflöst. Es ist das wasserfreie dreibasische Salz, welches durch den Hammerschlag wie durch Wärme sehr heftig explodirt.

0,635 Gr., bis 130° C. erhitzt, verloren nur 0,006 Gr. Wasser, welches wahrscheinlich nur anhängend gewesen war. Die 0,629 Gr. des getrockneten Salzes gaben, mit Schwefelsäure behandelt, 0,510 Gr. schwefelsaures Bleioxyd oder 0,3752 Bleioxyd = 59,64 Proc. PbO.

Daraus folgt die Zusammensetzung:

3 PbO	=	4183	60,33
Pi	=	2750	39,67
		6933	100,00.

Nimmt man an, dass das Salz 1 At. Wasser enthält, was sich schwer entscheiden lässt, da es nahe der Temperatur, bei der es dasselbe verlieren würde, explodirt, so hat man folgende, näher stimmende Zusammensetzung; das Salz würde dann in 0,635 Gr. an Bleioxyd 0,3752 Gr. enthalten haben, oder 59,30 Proc.

3 PbO	=	4183,0	59,37
Pi	=	2750,0	39,14
1 Aq	=	112,5	1,59
		7045,5	100,00.

3. *Das dreifach-basische wasserhaltige Salz.*

Versetzt man das neutrale pikrinsaure Ammoniak mit einer ein wenig angesäuerten Lösung von essigsäurem Bleioxyd, so bildet sich kein Niederschlag. Setzt man jetzt Ammoniak hinzu, so fällt ein hellgelber Niederschlag, der beim längeren Stehen krystallinisch wird und dann kleine, sehr glänzende, talkähnlich anzufühlende Schuppen darstellt, welche nahe bei 200° explodiren. Durch den Schlag kann die Detonation nur schwierig hervorgebracht werden.

Bei der Analyse des Salzes wurden folgende Resultate erhalten:

0,450 Gr., bei 100° getrocknet, gaben, mit Schwefelsäure behandelt, 0,349 schwefelsaures Bleioxyd, oder 57,2 Proc. Bleioxyd.

0,736 Gr., bei 100° getrocknet, durch oxalsaures Ammoniak niedergeschlagen und geglüht, gaben 0,421 Gr. Bleioxyd = 57,2 Proc.

0,534 lieferten bei der Verbrennung 0,246 Gr. C, 0,044 H.  
12,73 Proc. C, 0,81 Proc. H.

Daraus folgt die Formel  $\bar{\text{P}}i\ 3\ \text{PbO} + 3\ \text{HO}$  oder  $\bar{\text{P}}i\ \text{PbO},\text{HO} + 2\ (\text{PbO},\ \text{HO})$ . Diese giebt:

3 PbO =	4183,5	57,54
C <sub>12</sub> =	900,0	12,38
H <sub>10</sub> =	62,5	0,86
N <sub>6</sub> =	525,0	7,22
O <sub>16</sub> =	1600,0	22,00
	7271,0	100,00.

#### 4. Das zwei- und einhalbfach-basische Salz.

Kocht man die Flüssigkeit, aus welcher das eben beschriebene Salz niedergefallen ist, unter Zusatz von Ammoniak, so fällt ein anderes Salz in sehr geringer Menge nieder. Trennt man den Niederschlag und setzt nach dem Erkalten eine neue Menge von Ammoniak hinzu, so erhält man ein hellgelbes, wasserhaltiges Salz. Das Salz explodirt schon bei 180° sehr heftig, namentlich wenn das Gefäß, in dem es sich befindet, auch nur gelinde erschüttert wird.

0,967 Gr. verloren, bis 170° erhitzt, 6,51 Proc. Wasser, dem sehr wenig Säure mit anhängte. Das Salz wird dabei bräunlich-grün. Mit Schwefelsäure behandelt, gab es 0,688 schwefelsaures Bleioxyd = 52,33 Proc. Bleioxyd.

Daraus folgt die Zusammensetzung  $2\ \bar{\text{P}}i\ 5\ \text{PbO} + 8\ \text{H}$ .

2 $\bar{\text{P}}i$ =	5500	41,14
5 PbO =	6970	52,13
8 Aq =	900	6,73
	13370	100,00.

Unter dem Mikroskope erscheint das Salz ganz gleichförmig, in deutlich ausgebildeten Krystallen.

### 5. Das fünffach-basische Salz.

Laurent hat dieses Salz gleichfalls beschrieben. Ich erhielt es beim Vermischen des neutralen essigsauren Bleioxyds mit pikrinsalpetersaurem Ammoniak, dem die 10fache, im Salze enthaltene Menge Ammoniak zugesetzt war. Es fällt dabei das pulverförmige Salz nieder, welches erhitzt nicht detonirt, sondern sprühend zu Bleisuboxyd verbrennt, das sich an der Luft zu Oxyd oxydirt. Ich fand 70,92 Proc. Oxyd darin.

1,378 Gr. des Salzes gaben, bei 140° getrocknet:

0,5002 Gr. Kohlensäure, 0,065 Gr. Wasser.

9,92 Proc. C, 0,52 Proc. H.

Daraus folgt die Formel  $\text{Pb}_5$ .

5 PbO	=	6970	71,71
C <sub>12</sub>	=	900	9,27
H <sub>4</sub>	=	25	0,25
N <sub>6</sub>	=	525	5,40
O <sub>13</sub>	=	1300	13,37
		9720	100,00.

Eine geringe Einmischung eines anderen Salzes liess sich durch das Mikroskop leicht entdecken.

### 6. Das Doppelsalz mit essigsaurem Bleioxyd.

Vermischt man eine siedende, klare Auflösung von pikrinsalpetersaurem Kali mit neutralem essigsaurem Bleioxyd, so erhält man einen unbedeutenden Niederschlag. Filtrirt man die heisse Flüssigkeit von diesem ab, so krystallisirt beim Erkalten aus der Lösung ein hellgelbes Salz, von dem man noch mehr beim Abdampfen der Flüssigkeit erhält. Behandelt man das Salz mit Schwefelsäure, so entwickelt sich ein deutlich zu bemerkender Geruch nach Essigsäure. In Wasser gelöst und abgedampft, zerlegt sich das Salz; pikrinsaures Bleioxyd krystallisirt heraus; die Mutterlauge hält essigsaures Bleioxyd.

0,830 Gr. des krystallisirten Salzes verloren, bis 180° erhitzt,

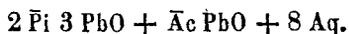
0,035 Gr. Wasser = 4,22 Proc.

0,570 Gr. verloren 0,028 Gr. Wasser, oder 4,9 Proc.

0,789 Gr. des getrockneten Salzes gaben, mit Schwefelsäure behandelt, 0,492 Gr. schwefelsaures Bleioxyd oder 0,362 Gr. Bleioxyd = 45,88 Proc. PbO.

0,470 Gr. des getrockneten Salzes gaben, mit Kupferoxyd verbrannt, 0,057 Gr. H<sub>2</sub>O und 0,316 Gr. Ü.  
1,34 Proc. H, 18,33 Proc. C.

Es folgt hieraus, dass das Salz ein Doppelsalz von pikrinsau-rem und essigsauerm Bleioxyd sei, und zwar zusammengesetzt nach der Formel:



Bei der Temperatur von 180° wird von dem Salze die Hälfte seines Krystallwassers abgegeben = 4,37 Proc., und es bleibt  $2 \text{Pi} 3 \text{PbO} + \text{Ac PbO} + 4 \text{Aq}$  zurück. Diess besteht aus:

			Gef.
4 PbO =	5576,0	45,30	45,88
30 C =	2250,0	18,27	18,33
22 H =	137,5	1,11	1,34
12 N =	1050,0	8,52	
33 O =	3300,0	26,30	
	12313,5	100,00.	

Schunck hat ein ganz ähnliches Salz bei der Chrysolep- säure beschrieben; ich werde jedoch zeigen, dass die Chrysole- pinsäure mit der Pikrinsäure völlig identisch ist, wie es schon früher von Liebig angegeben worden war, und beide Verbin- dungen nicht als isomerische zu betrachten sind.

Ausser diesen beschriebenen Bleioxydsalzen existiren noch eine Anzahl andere, welche ich jedoch nicht hier anführen will, da ich sie nicht im Zustande der Reinheit zu erhalten vermochte. Durch das Mikroskop waren sie leicht als Gemenge verschiedener Verbindungen zu erkennen.

(Schluss in einem der nächsten Hefte.)