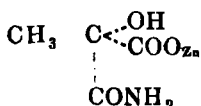


dieser Säure konnte ich zur Zeit den Versuch anstellen) in einen stickstoffhaltigen Körper umzuwandeln, der weiter nichts ist als Oxyäthylidensuccinaminsäure. Dieser Körper wird sich voraussichtlich leicht in Oxyäthylidenbernsteinsäure umwandeln lassen. Versuche zur Erreichung dieses Zieles sind im Gang.

Ich verfuhr wie Urech¹⁾. Brenztraubensäure (1 Mol.) wurde auf fein gepulvertes, kalt gehaltenes Cyankalium (etwas mehr als ein Mol.) getropft und die unter Entwicklung von Blausäure schaubreißig werdende weisse Masse zerrieben, alsdann vorsichtig mit concentrirter Salzsäure versetzt. Nach Beendigung der ziemlich energischen Reaction wurde das Produkt in wenig Wasser aufgelöst und die wässrige Lösung mit Aether ausgeschüttelt. Der nach Verjagung des Aethers zurückbleibende stickstoffhaltige, stark sauer reagirende Syrup wurde in das Zinksalz¹⁾ umgewandelt. Dasselbe ist sehr leicht löslich in Wasser, unlöslich in Alkohol und bildet ein weisses, krystallinisches Pulver, dessen Lösung in Natronlauge beim Erwärmen Ammoniak entwickelt. Das exsiccatorrockne Salz verliert beim Erhitzen auf 100° gegen 15 pCt. an Gewicht. Die Analyse bei 100° getrockneten Salzes ergab die Werthe: C = 29.01 pCt., H = 3.8 pCt., Zn 20.2 pCt., welche der Formel:



entsprechen, denn dieselbe verlangt; C = 29.11 pCt., H = 3.64 pCt., Zn = 19.81 pCt. Beim Versetzen der Zinksalzlösung mit Silbernitrat fällt das Silberzalt in Form eines weissen, flockigen, beim Erwärmen der Flüssigkeit pulvrig werdenden Niederschlags, welcher salpetersaures Silber hartnäckig zurückhält. Die Analyse des bei 100° getrockneten Salzes ergab 45.2 pCt. Ag. Berechnet für C₄H₆NO₄ Ag: 45 pCt. Ag.
München, 8. Januar 1881.

24. Br. Pawlewski: Einfache Methode der Siedepunktsbestimmungen.

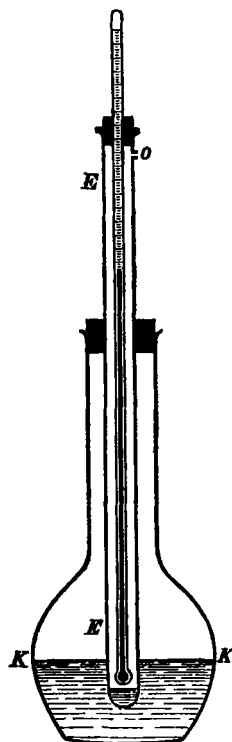
(Eingegangen am 10. Januar 1881; verlesen in der Sitzung vom 10. Januar 1881 von Hrn. A. Pinner.)

Die Bestimmung der Siedepunkte bei den chemischen Arbeiten ist eine ziemlich wichtige Manipulation, aber die bisher benutzten Methoden solcher Bestimmungen entsprechen nicht den Erfordernissen der Praxis: entweder die Bestimmungen selbst sind un-

¹⁾ Bei der Bereitung des Zinksalzes darf die Flüssigkeit nicht gekocht werden, sonst entsteht ein weisses, auch in siedendem Wasser unlösliches Zinksalz. Einige Zinkbestimmungen machen es wahrscheinlich, dass das Salz oxyäthylidenbernsteinsaures Zink ist.

genau, oder sie sind nur dann ausführbar, wenn man grössere Quantitäten der Körper unter Händen hat — dabei verliert man ein gewisses Quantum des benutzten, manchmal sehr kostbaren Körpers. Selbst der von M. Berthelot¹⁾ angegebene Apparat genügt den oben gesagten Erfordernissen nicht: er hebt theilweise nur die erste Ungenauigkeit auf, doch die anderen durchaus nicht. Dagegen beugt der unten beschriebene Apparat, meiner Ansicht nach, allen angeführten Ungenauigkeiten vor: die Thermometerangaben sind exakt und die Bestimmung selbst ist auch mit sehr kleinen Flüssigkeitsquantitäten möglich.

Dieser Apparat ist dem bei Schmelzpunktsbestimmungen gebräuchlichen ähnlich. Ein Kölbchen *KK* von 100 ccm Capacität ist zur Hälfte mit Glycerin (resp. Schwefelsäure, Anilin oder auch mit Paraffin) gefüllt. In seinem Halse befindet sich ein Stopfen mit engem Seitenkanal und einer Oeffnung in der Mitte, durch welche ein dünnwandiges Probirglas *EE*, 15—20 ccm lang, 5—7 mm breit, geht. Das untere geschlossene Ende dieses Probirglases taucht in Glycerin ein. Ueber dem Halse des Kölbchens der Eprouvette ist eine kleine Oeffnung *O* von 2 mm im Durchmesser. Man bringt in das Probirglas einige Tropfen (0.5—1.5 cc) der zu untersuchenden Flüssigkeit, befestigt darüber im oberen Theile des Probirglases (vermittelt eines kleinen Stöpsels) ein Thermometer *T*. Das Quecksilber im Thermometer steigt beim Erwärmen des Apparates rasch und bleibt bei einem bestimmten Punkte einige Minuten beständig — dieser Punkt ist eben der gesuchte Siedepunkt. Auf diesem Punkte bleibt das Quecksilber so lange, als im Probirglase sich noch Spuren der Flüssigkeit befinden, obgleich die Temperatur des umgebenden Glycerins viel höher ist (20—40° C.), als der Siedepunkt der zu untersuchenden Flüssigkeit.



Die nach dieser Methode erhaltenen Daten stimmen gänzlich mit der auf andere Weise gefundenen Zahlen überein — jedoch erhält man sie schneller, genauer und nicht mit solchen Schwierigkeiten, wie es nach anderen Methoden der Fall ist.

Warschau, Universitätslaboratorium, 28. December 1880.

¹⁾ Ann. de Chim. et de Physique. 1877. 562.