

Erhitzen auf 130° war eine Veränderung des Rohrinhalts bemerkbar. Derselbe erwies sich als eine gelbbraune Krystallmasse, welche abgesogen und durch Waschen mit kaltem Methylalkohol farblos erhalten wurde. Die aus der heissen wässrigen Lösung des so gereinigten Productes durch Zusatz von Methylalkohol ausgeschiedenen, concentrisch gruppirten Nadelchen stellten, wie sich bei näherer Untersuchung ergab, nichts anderes als oxalsaures Ammonium dar.

Analyse: Ber. Procente: C 19.35, H 6.45, N 22.58.
Gef. » » 19.39, » 6.46, » 22.64.

Es hat mithin der Formaldehyd auf das Oxamid nicht eingewirkt; die beim Phtalamia durch die Gegenwart des Wassers bedingte partielle Verseifung ist beim Oxamid eine vollständige.

Mit Malonamid und Succinamid wurden syrupartige Reactionsproducte erhalten, aus denen analysenfähige Substanzen nicht isolirt werden konnten.

187. Ch. M. van Deventer: Berichtigung zur Mittheilung über die gasometrische Bestimmung von Nitriten mittels der Schäffer'schen Reaction.

(Eingegangen am 10. April.)

Vor einigen Wochen habe ich eine Methode beschrieben zur gasometrischen Bestimmung von Nitriten aus der Menge Stickoxyd, welche sich im Eudiometer aus einem gemessenen Volum Nitritlösung entwickelt, nach Zusatz von Ferrocyankalium und Essigsäure ¹⁾. In dieser Mittheilung wurde gesagt, dass man das abgelesene und in der üblichen Weise corrigirte Volum des Stickoxydes um fünf Procente der hinterbliebenen Flüssigkeitsmenge erhöhen soll, wegen der Löslichkeit des Stickoxydes in der Flüssigkeit.

Es hat sich aber kurz nachher herausgestellt, dass eine zur Messung der Nitritlösung benutzte Pipette mit einem grossen Fehler behaftet war, so dass, wenn auch eine Uebereinstimmung mit der Permanganatmethode zutraf, das absolute Resultat, und somit die angegebene Correction für die Löslichkeit des Stickoxydes, ungenau war.

Eine neue Reihe von Versuchen zur Bestimmung der fraglichen Correction hat ergeben, dass dieselbe zu drei Procent der Flüssigkeitsmenge ²⁾ angenommen werden muss, indem man die Versuche mit sehr verschiedenen Mengen Nitritlösung anstellte und somit die absolute Menge des gelösten Stickoxydes jedesmal einen sehr verschiedenen Werth hatte.

Es ergibt sich also, dass, wenn die im Eudiometer hinterbleibende Flüssigkeit auch nur eine sehr verdünnte Salzlösung ist, die Löslichkeit des

¹⁾ Diese Berichte 26, 592.

²⁾ Die Temperatur war bei diesen Versuchen 10° C.

Stickoxydes, welche für reines Wasser etwa fünf Procente ist, in merklicher Weise vom Salzgehalte beeinträchtigt wird.

Die Permanganatmethode giebt ein um ein halbes Procent geringeres Resultat für den Gehalt an gelöstem Nitrit. Dies erklärt sich jedoch daraus, dass, wenn man nach dieser Methode arbeitet, auch bei sehr grosser Verdünnung ein geringer Verlust an salpetriger Säure durch Verflüchtigung dieser Substanz schwerlich zu vermeiden ist.

Amsterdam, April 1893.
