

Bis jetzt hat sich feststellen lassen, dass die nach dem Baskerville'schen Verfahren erhaltenen drei Chloridfractionen nach Ueberführung in Oxyd alle drei  $\alpha$ - und  $\beta$ -Strahlen aussenden. Die Activität häuft sich etwas in den Fractionen mit dem höheren Atomgewicht an, aber die Unterschiede sind nur gering<sup>1)</sup>. Irgendwelche sichere Schlüsse lassen sich hieraus zunächst nicht ziehen; doch wird die Fortsetzung der Untersuchungen wohl weitere Aufschlüsse über diese Frage bringen.

Hrn. Professor Brunck, der ebenso wie Hr. Geheimrath Winkler das lebhafteste Interesse für die hier behandelten Fragen bekundete, möchte ich für die Bereitwilligkeit, mit der er die beschriebenen Versuche ausführte, und für seine werthvollen Mittheilungen auch an dieser Stelle bestens danken.

Auch der Carnegie-Institution spreche ich für ihre Unterstützung meinen Dank aus.

#### 90. Cl. Flamand und B. Prager: Analyse von Verbindungen mit Stickstoff-Stickstoff-Bindung nach der Kjeldahl-Methode.

(Eingegangen am 19. Januar 1905.)

Wie Dafert<sup>2)</sup> gefunden hat, lassen sich viele Stickstoffverbindungen, welche nach der Kjeldahl-Methode direct nicht analysirbar sind (Nitro-, Azo-Verbindungen etc.), dieser Methode zugänglich machen, wenn man sie einer reducirenden Vorbehandlung unterwirft. Auf Grund dessen hat M. Krüger<sup>3)</sup> für Nitrate, Nitro- und Nitroso-Verbindungen ein bequemes, allgemein anwendbares, analytisches Verfahren ausgearbeitet. Wir haben im vergangenen Jahre Veranlassung genommen, eine Anzahl von Verbindungen mit Stickstoff-Stickstoff-Bindung nach einem ähnlichen Verfahren zu analysiren. Dabei erhielten wir mit Azo-, Azoxy- und Hydrazo-Verbindungen stets gute Resultate und betrachten deshalb das Verfahren für diese Körperklassen als allgemein anwendbar. Dahingegen wurden bei Phenylhydrazin, Benzalphenylhydrazin und bei Formazyl-Verbindungen keine genügenden Resultate erhalten. In den beiden letzteren Fällen dürfte das Versagen der Methode auf die partielle Abspaltung von Phenyl-

<sup>1)</sup> Baskerville, l. c. Siehe auch F. Zorban, On the complexity of thorium. Vortrag, gehalten auf der Jahresversammlung der American Association for the Advancement of Science, Philadelphia, December 1904.

<sup>2)</sup> Landwirthsch. Vers.-Stat. 34, 311 [1887].

<sup>3)</sup> Diese Berichte 27, 1633 [1894].

hydrazin zurückzuführen sein, dessen ziemlich grosse Beständigkeit gegenüber Reduktionsmitteln bekannt ist.

Zur Ausführung der Analyse löst man in einem langhalsigen Kjeldahl-Kölbchen von 500 ccm Inhalt 0.15–0.2 g Substanz in 10 ccm Alkohol und erhitzt mit 0.5–1 g Zinkstaub und 2–5 ccm concentrirter Salzsäure (D 1.19) bis zur Entfärbung; diese erfolgt meist im Verlaufe einiger Minuten. Darauf fügt man 10 ccm concentrirte Schwefelsäure und 0.5 g krystallisirtes Kupfersulfat hinzu und erhitzt bis zum Beginn der Entwicklung weisser Dämpfe. Alsdaun giebt man ca. 6 g gepulvertes Kaliumsulfat hinzu und erhitzt, bis die Flüssigkeit klar und hellgrün geworden ist. Hierzu genügt meist  $\frac{1}{4}$ -stündiges Kochen. Die Weiterverarbeitung erfolgt in bekannter Weise.

#### Beleganalysen.<sup>1)</sup>

	Berechnet pCt. N	Gefunden pCt. N
1. <i>p</i> -Oxy-azobenzol . . . . .	14.14	14.00, 14.05
2. <i>m</i> -Aethoxy-azobenzol . . . . .	12.39	12.24
3. <i>p</i> -Dimethylamino-azobenzol . . . . .	18.66	18.51
4. Benzolazo acetessigester . . . . .	12.03	11.97
5. <i>p</i> -Brombenzolazo-oxalacrotensäureester . . . . .	7.05	6.92
6. <i>p</i> -Brombenzolazo- <i>p</i> -Aethoxybenzolazo-oxalacrotensäureester . . . . .	10.28	10.34
7. <i>p</i> -Brombenzolazo-oxalessigester . . . . .	7.54	7.42
8. Dimethyl-hydrazobenzol . . . . .	13.20	13.03
9. Azoxybenzol . . . . .	14.14	14.11
10. <i>p</i> -Toluolazo <i>o</i> -äthoxybenzol . . . . .	11.66	11.58.
11. Azobenzol . . . . .	15.38	15.11.

Es sei erwähnt, dass die unter No. 2, 5 und 10 aufgeführten Verbindungen nach der Dumas'schen Methode in der üblichen Ausführungsförm keine richtigen Stickstoffwerthe zeigten<sup>2)</sup>; es wurden (wohl in Folge unvollständiger Verbrennung von gasförmigen Zersetzungsproducten) stets zu hohe Zahlen erhalten. Fälle, in denen die Dumas-Methode versagte, sind auch von Wyndham, Dunstan und Carr<sup>3)</sup>, sowie von Guareschi und Grande<sup>4)</sup> mitgetheilt worden.

Berlin. Laboratorium im Hofmann-Hause. Januar 1905.

<sup>1)</sup> Ein Theil der verwendeten Substanzen ist noch nicht in der Literatur beschrieben.

<sup>2)</sup> Vergl. Jacobson u. Hönigsberger, diese Berichte 36, 4100 [1903].

<sup>3)</sup> Chem.-Ztg. 1896, 219.

<sup>4)</sup> Chem. Centralblatt 1898, II, 61.