

0.1312 g Sbst.: 0.2420 g CO₂, 0.0478 g H₂O. — 0.0818 g Sbst.: 8.8 ccm N (20°, 746 mm).

C₁₀H₈O₅N₂. Ber. C 50.5, H 3.4, N 11.9.

Gef. » 50.3, » 4.0, » 12.0.

Die Verbindung gibt auch beim Erwärmen mit Alkali keinen Indigo und wird durch Salzsäure beim Kochen nur sehr unvollständig gespalten.

303. F. Raschig: Herstellung von wasserfreiem Hydrazin.

(Eingegangen am 15. Juni 1910.)

Entgegen den bisher in der Literatur enthaltenen Angaben läßt sich Hydrazinhydrat leicht durch gewöhnliches Ätznatron vollständig von seinem Wassergehalt befreien und in Hydrazin überführen. Man bringt zu dem Behuf in einen Fraktionierkolben mit langem Abflußrohr 100 g käufliches Hydrazinhydrat, fügt 100 g gewöhnliches Ätznatron, in Stücke von Erbsengröße zerschlagen, hinzu, verschließt den Kolben mit einem Korkstopfen, den man zum Schutz vor den Hydrazindämpfen mit Stanniol umwickelt hat und heizt nun in einem Ölbad langsam an. Dabei richtet man sich so ein, daß erst nach 2 Stunden die Temperatur des Ölbad es beim Siedepunkt des Hydrazins, 113°, angekommen ist. In dieser Zeit löst sich das Natron vollständig auf; und nun erwärmt man weiter bis zu einer Außentemperatur von 150°. Dabei destilliert absolut wasserfreies Hydrazin als ölige, an der Luft ziemlich stark rauchende Flüssigkeit über, und zwar in einer Menge von etwas über 60 g, also in fast theoretischer Ausbeute.

Es wird in einer trocknen Glasstopfenflasche aufgefangen und hält sich darin sehr gut. Auch nach längerem Aufbewahren ist ein Festbrennen des Glasstopfens nicht beobachtet worden.

Bei diesem Verfahren hat man nur darauf zu sehen, daß zur Zeit, wo die Destillation beginnt, alles Natron gelöst ist, und daß die Dämpfe nicht mit organischen Substanzen, Kork oder Kautschuk in Berührung kommen. Daher kann man nicht gut einen Kühler an den Destillierkolben anschließen, sondern muß das Ablaufrohr des Kolbens so lang wählen und so langsam destillieren, daß dieses Rohr bei Luftkühlung zum Niederschlagen der Dämpfe ausreicht.

Vor dem Einatmen der Dämpfe soll man sich nach Möglichkeit hüten; es sind mehrfach unangenehme Folgen, Benommensein und Schwindelanfälle, darauf beobachtet worden.

Ludwigshafen a. Rh., den 14. Juni 1910.