

in der Kälte beim Einröhren leicht zu harten Klümpchen zusammenballt und dann sehr schwer auflöst.

Nach dem Vorstehenden lassen sich nunmehr kleine Mengen von Graphitsäure bequem während einer Vorlesung darstellen, und auch die Gewinnung grosser Quantitäten bereitet keine Schwierigkeiten, denn zur Erreichung des mit Uebermangansäure sofort Graphitsäure liefernden grünen Zwischenproductes ist überhaupt nichts weiter erforderlich, als das Zusammengeben der unmittelbar käuflichen Ausgangsmaterialien, sodass die ungemein mühsame und widerliche Aufgabe nach allen Seiten befriedigend gelöst sein dürfte. Ich bin nun gegenwärtig auch mit Versuchen über das Verhalten verschiedener Graphitarten sowie amorpher Kohle und des Kohlenstoffs gegen diese Oxydationsmischung beschäftigt. Ueber einen Theil meiner bisherigen Versuche über die Graphitsäure selber werde ich in Bälde berichten.

Freising bei München, chem. Laboratorium des kgl. Lyceums.

214. S. Tanatar: Eine neue Bildungsweise der Stickstoffwasserstoffssäure.

(Eingegangen am 6. Mai; mitgeth. in der Sitzung von Hrn. A. Rosenheim.)

Diese Säure entsteht bei der Einwirkung des Chlorstickstoffs auf Hydrazin. Seitdem Hentschel¹⁾ gezeigt hat, dass man eine Benzollösung des Chlorstickstoffs gefahrlos herstellen und handhaben kann, wird wahrscheinlich diese bisher gefährliche und gern vermiedene Verbindung in den Kreis der gebräuchlichen Reagentien treten. — Ich nehme dreimal mehr Benzol, als Hentschel vorschreibt und bekomme also eine 3.3-prozentige Lösung von Chlorstickstoff. 30 ccm dieser Lösung habe ich mit der kalten wässrigen Lösung von 1.5 g Hydrazinsulfat im Scheidetrichter unter öfterem Schütteln zwei Stunden zusammenwirken lassen. Hierauf habe ich die wässrige Lösung mit Natronlauge genau neutralisiert, 10 ccm normaler Schwefelsäure zugesetzt und ein Viertel der Flüssigkeit abdestilliert. Das saure Destillat giebt mit Silbernitrat sofort einen weissen Niederschlag, der in Salpetersäure sich vollständig löst. Ein Körnchen des trocknen Salzes explodiert beim Erhitzen sehr heftig. Zweifellos ist es Stickstoffsilber, AgN_3 . Die Ausbeute ist aber nur klein: ich habe in zwei Versuchen 5 pCt. und 6.5 pCt. der theoretischen Menge an Stickstoff

¹⁾ Diese Berichte 30, 1434, 2642.

wasserstoffsäure erhalten. Im zweiten Versuch habe ich nach der Reaction die Benzollösung mit 20 ccm Wasser gewaschen; vielleicht ist es diesem Umstände zuzuschreiben, dass dabei die Ausbeute etwas grösser ausfiel. In der Benzollösung bleibt noch viel unveränderter Chlorstickstoff.

Bessere Resultate lassen sich erzielen bei der Einwirkung von Chlorstickstoff auf freies Hydrazin. Ich verfahre wie oben beschrieben, nur mit dem Unterschiede, dass ich von Zeit zu Zeit 10-procentige Natronlauge in kleinen Portionen (3—5 ccm) in den Scheide-trichter gebe, bis die wässrige Lösung dauernd stark alkalisch reagirt. Im Ganzen werden 30—35 ccm Lauge verbraucht. Die Operation dauert unter öfterem Umschütteln $1\frac{1}{2}$ —2 Stunden. Die wässrige Lösung wird jetzt mit Schwefelsäure neutralisiert und nach Zusatz von 10 ccm normaler Schwefelsäure ein Viertel der Flüssigkeit abdestillirt. Das Destillat enthielt ein Mal keine Salzsäure, ein anderes Mal nur Spuren davon. Acidimetrisch und dem Gewicht des Silbersalzes nach wurde bestimmt, dass die Ausbeute an Stickstoffwasserstoffsäure 36 pCt. der theoretischen erreichte, auf 1 g Chlorstickstoff gerechnet. Aus der titrierten Säure bekam ich das Silbersalz und bestimmte darin das Silber; gefunden wurden 71.13—71.03 pCt. Silber, während Silbernitrid 71.92 pCt. Silber enthalten soll.

Da bei der Einwirkung von Chlorstickstoff auf Hydrazin Gase (Stickstoff?) und andere Nebenproducte nicht in auffallender Menge entstehen, so glaube ich, dass die Ausbeuten an Stickstoffwasserstoffsäure beim Arbeiten in grösserem Maassstabe höher ausfallen werden und dass die beschriebene Darstellungsweise dieser höchst interessanten Säure in manchen Fällen gebraucht werden kann. Bei der Einwirkung von Kaliumnitrit (Angelo Angeli) und von Salpetersäure (Sabauejef) auf Hydrazinsalze entstehen nur kleine Mengen der Stickstoffwasserstoffsäure, nur die Methode von Wislicenus gibt bessere Resultate.

Odessa, 21. April
3. Mai 1899.

Chemisches Laboratorium der Neurussischen Universität.