

in Alkohol, so werden die sauren Salze in neutrale Salze und freie Säure geschieden, welche letztere dem Alkohol eine saure Reaction verleiht.

Dampft man ab, so wird zuletzt der Alkohol so verdünnt, dass ein Theil der fetten Säuren (Caprin-, Capryl- und Capronsäure) nicht gelöst bleiben kann. Daher die öligen Tropfen.

Sättigt man die Säuren mit Baryt, so ist mir klar, dass doch ein wenig Säure der Saturation entgeht. Mir wenigstens war es schwer, ein Gemenge von Capron- und Caprylsäure mit Baryt zu sättigen, wenn sie nicht in Wasser gelöst sind. Nimmt man nämlich die ölige Säure mit wenig Wasser, und fügt man Baryt in Ueberschuss zu, so umkleidet sie sich mit einer Hülle von zähen Barytsalzen, welche das Eindringen in das Innere der Masse hindert.

XLVII.

Ueber einige Salze der Oxaminsäure.

Von

E. Bacaloglo.

Mehrere dieser Salze, namentlich die der Alkalien und Erden, so wie auch das Silbersalz, sind früher schon von Balard und Engström (s. dies. Journ. XXV, 84 und LXVIII, 433) dargestellt und untersucht worden. Im Folgenden sollen noch einige Salze der schweren Metalle besprochen werden. Zur Darstellung derselben diente das Barytsalz, oder das durch Zersetzung von diesem mittelst kohlen sauren Ammoniaks erhaltene oxaminsaure Ammoniak.

Bei der Zersetzung des zweifach oxalsauren Ammoniaks, zur Gewinnung der Oxaminsäure, kann man sich entweder, nach Balard's Vorschrift, einer Retorte und des

Thermometers, oder auch, was bequemer ist, eines offenen, inwendig glasirten Tiegels aus Eisen bedienen; in diesem letztern Falle geschieht das Umrühren mittelst eines Porcellanspatels viel leichter und auch die Anwendung des Thermometers kann umgangen werden, da die Temperatur, wegen der guten Leitung des Gefässes, gleichmässig und ziemlich constant bleibt, wenn die Substanz in Fluss gerathen ist. Die durch Ausziehen der Masse mit kaltem Wasser erhaltene, mit kohlensaurem Baryt versetzte und abfiltrirte Flüssigkeit enthält grösstentheils von der nicht vollständigen Zersetzung des sauren Salzes herührendes, einfach oxalsaures Ammoniak, welches leicht in das zweifache Salz übergeführt und zur Gewinnung von neuen Portionen Oxaminsäure angewendet werden kann.

Neutrales oxaminsaures Bleioxyd: $\text{PbO} + \text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5 + \text{HO}$; erhalten durch Zersetzen des Ammoniaksalzes in der Kälte mit neutralem essigsäuren Bleioxyd; weiss, krystallinisch, in kaltem Wasser schwer, in heissem leichter löslich. Die wässrige Lösung dieses Salzes reagirt sauer; bei 100° verliert es sein Aequivalent Wasser, ohne scheinbare Veränderung und kann bis 175° erhitzt werden, ohne weitere Zersetzung zu erleiden.

Analyse des Salzes:

	Gefunden.			Berechn.
	I.	II.	Mittel.	
PbO	56,09	54,37	55,23	55,63
$\text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5$	39,13	40,85	39,99	39,88
HO	4,78	4,78	4,78	4,49
$\text{PbO} + \text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5 + \text{HO}$	100,00	100,00	100,00	100,00

oder bei 100° getrocknet:

	Gefunden.			Berechn.
	I.	II.	Mittel.	
PbO	58,9	57,1	58	58,25
$\text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5$	41,1	42,9	42	41,75
$\text{PbO} + \text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5$	100,0	100,0	100	100,00

Basisch oxaminsaures Bleioxyd: $2\text{PbO} + \text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5$; weisses, in Wasser unlösliches Pulver, erhalten durch Fällen des oxaminsauren Ammoniaks mit basisch essigsäurem Blei-

oxyd. Mit kochendem Wasser behandelt, wird dieses Salz wasserfrei erhalten.

Aus der Analyse ergibt sich:

	Gefunden.	Berechnet.
Bleioxyd	74,35	73,61
Oxaminsäure	25,65	26,39
	100,00	100,00

woraus die Formel: $2\text{PbO} + \text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5$.

Oxaminsaures Kupferoxyd: $\text{CuO} + \text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5 + \text{HO}$ blaues, körniges Pulver, in Salzsäure löslich, in Wasser und Salpetersäure weniger löslich. Setzt man zu einer verdünnten Lösung von oxaminsaurem Ammoniak eine nicht zu concentrirte Lösung von schwefelsaurem Kupferoxyd, so trübt sich die Flüssigkeit nicht oder nur wenig; aber durch Kochen derselben für sich, oder auch unter Zusatz einer sehr geringen Menge Salpetersäure, scheidet sich das oxaminsaure Kupferoxyd grösstentheils aus. Eine salzsaure Lösung dieses letztern wird durch Kali blau gefärbt und erst beim Erhitzen gefällt. Das Kupfersalz scheint, wie das basisch oxaminsaure Bleioxyd, durch Kochen Wasser zu verlieren.

Die Analyse gab:

	Gefunden.	Berechnet.
CuO	31,18	30,85
$\text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5$	61,66	62,16
HO	7,16	6,99
$\text{CuO} + \text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5 + \text{HO}$	100,00	100,00

Oxaminsaures Nickeloxydul: $\text{NiO} + \text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5 + \text{HO}$; am bequemsten erhalten durch Zusammenbringen sehr concentrirter, heisser Lösungen von oxaminsaurem Ammoniak und schwefelsaurem Nickeloxydul. Grünlich weisses, körniges Pulver, in heissem Wasser schwer löslich.

Die Analyse dieses Salzes gab:

	Gefunden			Berechn.
	I.	II.	Mittel.	
NiO	30,75	28,72	29,74	29,70
$\text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5$	61,04	63,90	62,47	63,19
HO	8,21	7,38	7,79	7,11
$\text{NiO} + \text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5 + \text{HO}$	100,00	100,00	100,00	100,00

Oxaminsaures Eisenoxydul: $\text{FeO} + \text{C}_4\text{H}_2\text{NO}_5 + \text{HO}$. Schön gelb gefärbtes, aus mikroskopischen Krystallen bestehen-

des Salz. Den Wassergehalt bestimmte ich durch einfach chromsaures Kali und fand denselben, wegen des, ohne Veränderung des Salzes, schwer zu entfernenden hygroskopischen Wassers, zu gross; in Folge dessen ergab sich für die aus der Differenz bestimmte Oxaminsäure eine zu geringe Zahl.

Die procentische Zusammensetzung ist:

	Gefunden.	Berechnet.
FeO	28,05	28,8
C ₄ H ₂ NO ₅	60,04	64,4
HO	11,91	7,2
FeO + C ₄ H ₂ NO ₅ + HO	100,00	100,0

Wird frisch gefälltes Eisenoxyd in einer Oxaminsäurelösung gekocht, so löst es sich unter Bildung von oxaminsaurem Eisenoxyd auf; dieses, dem directen Sonnenlichte ausgesetzt, zersetzt sich, wie das oxalsaure Eisenoxyd, jedoch langsamer, unter Gasentwicklung und Bildung eines gelben Niederschlages, welcher wahrscheinlich das Oxydulsalz enthält.

Wird einer Lösung von oxaminsaurem Kali so viel Oxaminsäure zugesetzt, als zur Bildung eines zweifach sauren Salzes nöthig ist und die so erhaltene Flüssigkeit mit frisch gefälltem Eisenoxyd gekocht, so scheiden sich nach dem Erkalten schön grün gefärbte Krystalle aus. Mangel an Material verhinderten mich mit Sicherheit zu entscheiden, ob dieselben ein dem grünen Doppelsalze der Kleesäure entsprechendes oxaminsaures Salz waren, oder nur kleesaures Salz.

Die Behandlung des neutralen oxaminsauren Bleioxydes mit Salpetersäure in der Siedehitze gab nach dem Erkalten weisse Krystalle eines Doppelsalzes, welches aber keine Oxaminsäure enthielt, sondern das bekannte Doppelsalz aus gleichen Aequivalenten oxalsaurem und salpetersaurem Bleioxyd bestehend war.

Durch Zersetzung des oxaminsauren Amoniaks mit salpetersaurem Quecksilberoxyd oder Quecksilberoxydul erhält man die entsprechenden Quecksilbersalze, als weisse, unlösliche Pulver.

Diese Versuche sind im Laboratorium des Hrn. Prof. Erdmann gemacht worden.