

0.214 g Subst.: 0.0339 g  $\text{H}_2\text{O}$ , 0.116 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .

$\text{S}_2\text{O}_5\text{Na}_2 + 2 \text{H}_2\text{O}$ . Ber.  $\text{H}_2\text{O}$  14.88, Na 19.01.

Gef. • 15.84, » 17.90.

Ferner: 10 ccm Cyankaliumlösung, 5 ccm 15-procentige Natronlauge und 2 g Dithionat, gelöst in 10 ccm Wasser, wurden im kochenden Wasserbade mehrere Stunden erhitzt. Bei der Cyanbestimmung nach Liebig wurden 54.5 ccm  $\frac{n}{10}$ -Silberlösung verbraucht.

Derselbe Versuch, jedoch unter Weglassung von Dithionat angestellt, ergab bei der Cyanbestimmung nach Liebig einen Verbrauch von 54.6 ccm  $\frac{n}{10}$ -Silberlösung.

Die Dithionate sind somit unter diesen Umständen sehr beständig.

Zur Zeit bin ich auf Grund obiger Arbeit mit dem qualitativen Nachweis resp. der quantitativen Bestimmung von Natriumthiosulfat bei Gegenwart von Natriumsulfat beschäftigt, da der Nachweis von geringen Mengen Thiosulfat bei Anwesenheit grösserer Mengen von Sulfat, als Schwefel mittels Säure abgetrennt, wegen der nicht unbedeutenden Löslichkeit desselben in schwefliger Säure resp. angesäuerter Sulfatlösung nicht mit Sicherheit erbracht werden kann.

## 78. A. Wohl: Erwiderung.

(Eingegangen am 31. Januar 1906.)

Die »Bemerkungen zur Destillation im hohen Vacuum«, die Hr. E. Erdmann<sup>1)</sup> im vorangehenden Heft dieser Berichte an eine Mittheilung von A. Wohl und M. S. Losanitsch<sup>2)</sup> geknüpft hat, könnten zu dem Missverständniss Anlass geben, dass in unserer Publication wesentliche Literaturangaben übergangen seien. Wir hatten mit Bezug auf Dewar's Arbeiten gesagt: »Aber diese Anregung scheint noch nirgends benutzt worden zu sein, um für die Vacuumdestillation die kostspieligen Quecksilber- und Oel-Pumpen zu umgehen«. Valentiner und Schwarz, deren Erwähnung Hr. E. Erdmann hier vermisst, haben drei Edelgase getrennt, indem sie dieselben durch auf verschiedenen tiefe Temperaturen gekühlte Holzkohle absorbiren liessen; das Vacuum erzeugen sie mittels der Quecksilberluftpumpe. Diese sehr interessante Arbeit steht also thatsächlich nicht im Widerspruche zu der von Hrn. E. Erdmann angefochtenen Meinungsäusserung von uns.

<sup>1)</sup> Diese Berichte 39, 192 [1906].

<sup>2)</sup> Diese Berichte 38, 4149 [1905].

Eine solche Bemerkung, wie die oben wiedergegebene, kann sich naturgemäss nur auf das erstrecken, was in der Literatur ausdrücklich oder nebenher Erwähnung gefunden hat, nicht auf das, was Hr. E. Erdmann in seinem Laboratorium ausgeführt hat, ohne es bekannt zu geben. Die — nicht etwa publicirte — Anordnung eines mit flüssiger Luft gekühlten Kohlerohrs an der früher beschriebenen Kohlensäure-Vacuumeinrichtung, die Hr. E. Erdmann jetzt mittheilt, ist überdies doch praktisch nicht dasselbe, was wir vorschlagen. Das Wesentliche ist für uns die Erfahrung, dass es bei der Ausführung der Destillation im hohen Vacuum für die allgemeinen chemischen Zwecke überhaupt keiner anderen Maassnahmen bedarf als der Anwendung der Wasserstrahlpumpe und eines einfachen Kohlerohrs in flüssiger Luft mit oder ohne Vacuummessung nach Mac Leod.

#### 79. O. Piloty und J. Neresheimer: Ueber Amido- und Diazo-Malonsäureester.

(Aus dem chem. Laborat. der Kgl. Akademie der Wissenschaften zu München.)

[Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 29. Januar 1906.)

Anschliessend an die Untersuchungen über das Uramil und die Bildung von Murexid aus diesem Körper, welche vor einiger Zeit der Eine von uns in Liebig's Annalen veröffentlichte, erschien es wünschenswerth zu erforschen, ob der Amidomalonsäureester zu ähnlichen Umsetzungen befähigt ist wie das Uramil. Wie benöthigten dazu den bis dahin unbekannten Ester der Amidomalonsäure. Bei dieser Gelegenheit wurde letzterer auch nach anderer Richtung hin untersucht. Wir sehen uns zu dieser vorläufigen Mittheilung veranlasst, weil auch von anderer Seite auf verwandtem Gebiet gearbeitet wird.

#### Darstellung des Amido-malonsäureäthylester-chlorhydrats.

Das amidomalonsaure Natrium wurde nach der Vorschrift von Ruhemann und Orton <sup>1)</sup> durch Reduction von Nitromalonsäureamid mittels Natriumamalgam dargestellt. Zur Gewinnung des Esters wurde das feingepulverte amidomalonsaure Natrium im 6–8-fachen seines Gewichtes an absolutem Alkohol suspendirt und die Mischung mit trockenem Chlorwasserstoff unter Wasserausschluss bis zur Sättigung behandelt. Nach dreitägigem Stehen wurde die Lösung im

<sup>1)</sup> Journ. chem. Soc. 67, 1005.