

mit den, nach der gewöhnlichen Kalkmethode erhaltenen gut übereinstimmen. Die Verbrennung geht ruhig vor sich, während sonst eine helle Flamme aus dem Tiegel schlägt und Substanz mitreisst.

*b. Bestimmung näherer Bestandteile.*

**Die Methode zur quantitativen Bestimmung der Nitrosogruppe** haben R. Clauser und G. Schweitzer<sup>1)</sup> weiter ausgearbeitet<sup>2)</sup>. Es zeigte sich, dass Nitro- oder andere unter Umständen oxydierend wirkende Gruppen beim Erwärmen mit Phenylhydrazin und Eisessig nicht störend wirken und keinen Stickstoff entwickeln, ebenso verläuft bei Anwesenheit von Nitrososäuren, Nitrosoaldehyden und Polynitrosoderivaten die Reaktion quantitativ. Bei in Eisessig schwer löslichen Substanzen ist zur völligen Beendigung der Reaktion eine längere Einwirkungsdauer erforderlich.

Bei Salpetrigsäureestern wird eine quantitative Bestimmung dadurch ermöglicht, dass man dem Reaktionssystem solche Substanzen zufügt, die leicht und völlig in Nitrosoderivate überzugehen vermögen. Mit Vorteil wurde hierzu Phenol oder Dimethylanilin verwendet. Man verfährt hierbei folgendermaßen: 0,1—0,3 g des Esters, gelöst in Eisessig, werden vorsichtig in dem Zersetzungskölbchen mit 3 g einer essigsauren Lösung von Dimethylanilin und sodann mit 10—12 ccm konzentrierter Salzsäure versetzt. Nach 4-stündigem Erhitzen im Wasserbade ist der Geruch des Esters vollständig verschwunden. Der nunmehr salzsaures Nitrosodimethylanilin enthaltenden Flüssigkeit wird kristallisiertes Natriumazetat zugefügt und nach Verdrängung der Luft durch Kohlensäure die Stickstoffbestimmung ausgeführt.

Für die Analyse sehr flüchtiger Nitrite, wie Äthylnitrit, ist dieses Verfahren nicht verwendbar. Weder aliphatische, noch gewisse aromatische Nitrosamine gestatten den Nachweis der Nitrosogruppe. Nitrosamine vom Typus des Diphenylnitrosamins lassen dagegen die Bestimmung zu; ebenso Nitrosoantipyrin, dagegen versagt die Reaktion völlig bei Isonitrosoverbindungen (Oximen).

**Die Anwendbarkeit einer quantitativen Bestimmungsmethode der Nitrogruppe auf volumetrischem Wege** hat Paul Altmann<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup> Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **35**, 4280.

<sup>2)</sup> Vergl. hierzu R. Clauser, ebenda **34**, 889. Der Verfasser gibt dort an, dass aus Nitrosoverbindungen mit Phenylhydrazin in Eisessig der gesamte Stickstoff frei wird, und beschreibt einen Apparat zur Messung desselben.

<sup>3)</sup> Journal f. prakt. Chemie, neue Folge **63**, 370.