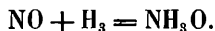


## Synthese des Hydroxylamines.

Von **B. Ludwig** und **Th. Hein**.

Durch die Einwirkung von Zinn und Salzsäure auf Salpetersäure-Äthyläther erhielt **W. Lossen**<sup>1)</sup> neben anderen Producten die chlorwasserstoffsäure Verbindung einer Base  $\text{NH}_3\text{O},\text{HCl}$ , welche er Hydroxylamin nannte; es ist uns gelungen, diesen Körper synthetisch durch directe Addition von Wasserstoff zu Stickoxyd darzustellen, indem wir unter geeigneten Bedingungen Stickoxyd und nascirenden Wasserstoff auf einander reagiren ließen.



Das zu unseren Versuchen verwendete Stickoxyd wurde aus einer sauren Lösung von Eisenvitriol und Salpetersäure bereitet, durch Waschen mit Wasser und Kalilauge sorgfältig gereinigt; als Quelle für den nascirenden Wasserstoff eignet sich am besten Zinn und verdünnte Salzsäure. Entweder erhitzt man das Metall mit der Säure zum Kochen oder man bewirkt die Lösung des Metalles in der verdünnten Säure bei gewöhnlicher Temperatur dadurch, daß man eine kleine Quantität Platinchlorid zusetzt; der letztere Weg ist für den vorliegenden Zweck der bequemere, in Bezug auf Ausbeute sind beide gleich gut.

Statt Zinn läßt sich auch granulirtes Blei anwenden, wenn man der Salzsäure Platinchlorid zusetzt; Versuche, die wir mit Zink und Salzsäure anstellten, ergaben ein negatives Resultat, die Reaction scheint in diesem Falle zu energisch zu sein, so, daß das gebildete Hydroxylamin durch den nascirenden Wasserstoff sofort in Ammoniak verwandelt wird.

---

<sup>1)</sup> Zeitschrift für Chemie, neue Folge I, 551 und Annalen der Chemie und Pharmacie, VI. Suppl. Bd. 220.

Der von uns zur Synthese des Hydroxylamines angewendete Apparat war folgendermaßen eingerichtet: In einem Glas-Gasometer wurde das reine Stickoxydgas angesammelt und aus demselben durch den Druck einer entsprechend hohen Wassersäule im langsamen, regelmäßigen Strome durch ein System von vier bis sechs mit einander verbundenen Kolben geleitet, welche die kochende Mischung von granulirtem Zinn und verdünnter Salzsäure enthielten, oder, wenn wir bei gewöhnlicher Temperatur arbeiteten, waren Zinn und Salzsäure mit der Platinchloridlösung in vier etwa vierzig Cmt. hohen Cylindern vertheilt, welche durch seitliche nahe am Boden befindliche Tubulaturen mit einander vereinigt waren; zweckmäßig verbindet man mit dem letzten Cylinder noch zwei bis drei große Kolben mit Eisenvitriollösung, um das entweichende, bei der Reaction nicht verbrauchte Stickoxyd zu absorbiren; durch Auskochen der Lösung läßt sich dasselbe wieder gewinnen und für neue Operationen nutzbar machen.

Am Beginne der Reaction tritt bedeutende Erwärmung ein, nach etwa zweistündigem Durchleiten des Stickoxydgases ist der Proceß beendet; die vom ungelösten Zinn abgossene Flüssigkeit wird mit Wasser verdünnt, das Zinn durch Einleiten von Schwefelwasserstoff vollständig entfernt und die vom Schwefelzinn abfiltrirte Flüssigkeit im Wasserbade zur Trockene verdampft. Die trockene Salzmasse, welche etwa zur Hälfte aus Chlorammonium besteht und immer auch eine kleine Menge Eisenchlorid enthält, wird zur Entfernung des letzteren mit kaltem absoluten Alkohol gewaschen, sodann mit absolutem Alkohol ausgekocht, wobei das Chlorammonium zum großen Theile ungelöst bleibt, während das salzsaure Hydroxylamin in Lösung geht; der in der Lösung enthaltene Salmiak wird durch eine alkoholische Platinchlorid-Lösung als Platinsalmiak gefällt und abfiltrirt, im Filtrate hat man reines salzsaures Hydroxylamin mit dem überschüssig zugesetzten Platinchlorid; durch Hinzufügen einer genügenden Quantität von wasserfreiem Äther scheidet sich das salzsaure Hydroxylamin in kleinen Krystallen ab, welche mit Äther gewaschen und aus absolutem Alkohol umkrystallisirt werden.

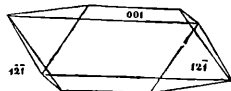
Die nach dem beschriebenen Vorgange erhaltene Verbindung zeigt alle von W. Lossen (l. c.) angegebenen Reactionen des salzsauren Hydroxylamines, dessen chemische Zusammensetzung und Krystallform.

Die Analyse der Verbindung ergab folgende Resultate:

- I. 0·368 Grm. Substanz gaben 0·7676 Grm. Chlorsilber und 0·0003 Grm. metall. Silber, entspr. 0·190 Grm. Chlor, oder 51·6 pCt.
- II. 0·2012 Grm. Substanz gaben 0·4158 Grm. Chlorsilber und 0·0017 Grm. metall. Silber, entspr. 0·1033 Grm. oder 51·3 pCt. Chlor.
- III. 0·253 Grm. Substanz gaben nach der Methode von Dumas bei 20° und 0·7532 Mtr. Barometerstand feucht gemessen 45·5 CC. = 0·05158 Grm. = 20·4 pCt. Stickstoff.

	Berechnet für NH <sub>3</sub> O, HCl		Gefunden		
	I.	II.	I.	II.	III.
N	14	20·14			
H <sub>4</sub>	4	5·76			20·4
Cl	35·5	51·08	51·6	51·3	
O	16	23·02			
	<hr/>				
	100·00				

Herr A. Březina, Assistent am kaiserl. Hof-Mineralien-Cabinete hatte die Güte die krystallographische Bestimmung an Krystallen vorzunehmen, welche durch langsames Verdampfen einer alkoholischen Lösung erhalten wurden; die nebenstehende Figur macht die Form der gemessenen Krystalle ersichtlich, als Resultat der Messungen theilt uns Herr A. Březina folgendes mit: „Krystallform identisch mit der von v. Lang am Lossen'schen Präparate beobachteten. Octaëder ähnliche Krystalle, durch (100) (001) ( $\bar{1}21$ ) gebildet.



Březina			v. Lang	
(100)	(001)	87° 6	87° 16	
( $\bar{1}21$ )	( $\bar{1}21$ )	83 20 approx.	82 58	

Es ist somit die Identität der von uns aus Stickoxyd und Wasserstoff dargestellten Verbindung mit dem Lossen'schen Hydroxylamin erwiesen.

Die Bildung des Hydroxylamines aus Salpetersäure-Äthyläther durch Einwirkung von Zinn und Salzsäure, dürfte aller Wahrscheinlichkeit nach im Endprocesse auf die von uns beobachtete Reaction

zurückführbar sein; Lossen nimmt an (l. c.), daß der Salpetersäure-Äthyläther zunächst in Alkohol und Salpetersäure zerfällt, und daß das Hydroxylamin durch die Einwirkung der Salpetersäure auf Zinn und Salzsäure entsteht.

Durch das Zinn wird aus der Salpetersäure zum Theile wenigstens Stickoxyd gebildet, Zinn und Salzsäure liefern den Wasserstoff, und so sind die Bedingungen geliefert, unter denen wir die directe Bildung des Hydroxylamines durch Addition beobachtet haben.

---

# ZOBODAT - [www.zobodat.at](http://www.zobodat.at)

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Sitzungsberichte der Akademie der Wissenschaften mathematisch-naturwissenschaftliche Klasse](#)

Jahr/Year: 1869

Band/Volume: [60\\_2](#)

Autor(en)/Author(s): Ludwig Ernst, Hein Th.

Artikel/Article: [Synthese des Hydroxylamines. 808-811](#)