

Untersuchungen aus dem academischen Laboratorium  
in Göttingen;

Abtheilung des Prof. *H. Limpricht*.

---

34. Ueber das Verhalten des trockenen Chlorwasser-  
stoffs zu Hydrobenzamid;  
von Dr. *Ekman* aus Stockholm.

---

Trockenes Salzsäuregas wird von Hydrobenzamid unter Wärmeentwicklung absorbirt, das Hydrobenzamid zerfließt nach und nach und verwandelt sich in eine zähe, halbdurchscheinende, gelblichweiße Masse, die sich mit Wasser augenblicklich in Salmiak und Bittermandelöl zerlegt.

Es war hier zunächst zu untersuchen, ob sich das Chlorwasserstoffgas direct mit dem Hydrobenzamid vereinigt, wie dieses in der Regel bei den zum Ammoniaktypus gehörenden Verbindungen der Fall ist, oder ob Zersetzung eintritt, und endlich, wie viele Atome Salzsäure von einem Atom Hydrobenzamid gebunden werden. Ueber den letzten Punkt findet man eine Angabe von *Wicke*\*), nach welcher sich 3 At. HCl mit 1 At.  $C_{42}H_{18}N_2$  verbinden, während von Anderen (*Müller*) das Verhältniß 2 At. HCl auf 1 At.  $C_{42}H_{18}N_2$  gefunden wurde.

In einem Kugelrohr wurde über trockenes und gepulvertes Hydrobenzamid anhaltend trockenes Salzsäuregas geleitet, die nicht gebundene Salzsäure durch ein anderes Gas ausgetrieben und dann die Gewichtszunahme bestimmt. Wegen

---

\*) Diese Annalen CII, 374.

der zähen Beschaffenheit der entstehenden Verbindung, wodurch leicht etwas unverändertes Hydrobenzamid umhüllt und vor Berührung mit der Salzsäure geschützt werden konnte, und welche auch der Entfernung des überschüssigen Salzsäuregases hinderlich war, wurden nur geringe Mengen des Hydrobenzamids zu jedem Versuch angewandt.

1. 0,0860 Grm. Hydrobenzamid wogen nach vierstündiger Behandlung mit Chlorwasserstoff und einstündigem Ueberleiten von Luft (durch Schwefelsäure und Chlorcalcium getrocknet) 0,1159 Grm., nach zweitägigem Ueberleiten von Luft 0,0849 Grm. Es zeigte sich also bei der ersten Wägung eine Gewichtszunahme von 34,8 pC., bei der zweiten eine Abnahme des Gewichts von 1,3 pC. vom angewandten Hydrobenzamid. Der in Wasser gelöste Inhalt des Kugelrohrs gab mit Silberlösung noch einen reichlichen Niederschlag von Chlorsilber.

2. Bei diesem Versuch wurden 0,1061 Grm. Hydrobenzamid mit Chlorwasserstoff gesättigt und dann nur so lange Luft darüber geleitet, bis diese beim Austritt aus dem Kugelrohr kaum noch sauer reagierte. Die Gewichtszunahme betrug 0,0281 Grm. = 26,7 pC. — Vor das Kugelrohr wurde darauf ein mit Wasser gefüllter Kugelapparat gelegt und wieder anhaltend trockene Luft durchgeleitet, bis das Gewicht sich kaum noch änderte; der Inhalt des Kugelrohrs betrug jetzt nur noch 0,0966 Grm., es hatte also eine Gewichtsabnahme des angewandten Hydrobenzamids um 8,9 pC. stattgefunden.

Der Inhalt des Kugelrohrs in Wasser gelöst und mit Silberlösung gefällt lieferte 0,1040 Grm. Chlorsilber, entsprechend 0,0264 Grm. HCl. — Aus dem Filtrat vom Chlorsilber wurde nach Entfernung des überschüssig zugesetzten Silbers das Ammoniak mit Platinchlorid bestimmt und 0,2124 Grm. Platinsalmiak, der beim Glühen 0,0951 Grm. Platin

hinterliefs, erhalten; diese Menge Platin entspricht 0,0134 Grm. Stickstoff.

Aus dem Wasser des vorgelegten Kugelapparates fällte Silberlösung 0,0252 Grm. Chlorsilber, entsprechend 0,0064 Grm. HCl.

Diese Analysen zeigen :

1. Aller Stickstoff ist im Kugelrohr geblieben, denn die angewandten 0,1061 Grm. Hydrobenzamid verlangen 0,0100 Grm. Stickstoff und gefunden wurden darin 0,0134 Grm. Stickstoff.

2. Die im Kugelrohr zurückgebliebene Salzsäure reicht gerade hin, um mit allem Stickstoff Salmiak zu bilden. Auf 0,0100 Stickstoff im Salmiak kommen 0,0260 Grm. Salzsäure, gefunden wurden 0,0264 Grm. Salzsäure.

3. Das Gewicht des Inhalts des Kugelrohrs, 0,0966, minus der darin enthaltenen Salzsäure, 0,0264, ist 0,0702, welches sich zum Gewicht des angewandten Hydrobenzamids, 0,1061, verhält wie 2 : 3. Es ist also von dem Hydrobenzamid bei Behandlung mit Salzsäure und atmosphärischer Luft ein *Drittel* verflüchtigt.

4. Das Gewicht der in dem Kugelrohr und dem Wasser des vorgelegten Kugelapparats gefundenen Salzsäure ist  $0,0264 + 0,0064 = 0,0328$  Grm. Die Gewichtszunahme bei der ersten Wägung des mit Salzsäure behandelten Hydrobenzamids betrug aber nur 0,0283 Grm., es müssen also damals schon 0,0045 Grm. der organischen Substanz sich verflüchtigt haben.

Es ergibt sich hieraus, dafs bei der Behandlung des Hydrobenzamids mit Salzsäure und Luft eine Zersetzung eintritt, bei welcher sich stickstofffreie organische Substanzen verflüchtigen und eine Gleichung der Zersetzung dann aufgestellt werden kann, wenn eine vollständige Analyse des Rückstandes ausgeführt wird. — Um hierzu die nöthige

Menge Substanz zu gewinnen, wurden 0,791 Grm. Hydrobenzamid mit Salzsäure und darauf kurze Zeit mit Luft behandelt; das Gewicht betrug 1,1417 Grm. Nach mehrwöchentlichem Ueberleiten getrockneter Luft konnte jedoch das Gewicht nur auf 1,0443 Grm. heruntergebracht werden und der Versuch wurde deshalb unterbrochen.

3. Weil immerhin möglich war, dafs bei der beobachteten Zersetzung des Hydrobenzamids der Sauerstoff Einflufs haben konnte, machte ich noch einen Versuch mit Kohlensäure statt Luft. Der Salzsäureapparat war zuerst mit Chlorwasserstoff, die übrigen Theile des Apparats mit Kohlensäure vollständig gefüllt und nach Beendigung der Einwirkung trieb ich das Salzsäuregas mit trockener Kohlensäure aus. Durch eine Hebevorrichtung war das Einfliefsen der Säure in den Apparat zur Entwicklung der Kohlensäure regulirt, so dafs der Strom auch während der Nacht wirken konnte. Als nach wochenlangem Durchleiten die Gewichtsabnahme nur 1 Mgrm. per Tag betrug, wurde der Versuch unterbrochen. — Das Hydrobenzamid hatte gewogen 0,1632 Grm., bei der ersten Wägung, als die überschüssige Salzsäure durch kurzes Ueberleiten der Kohlensäure entfernt war, 0,2215 Grm., bei der letzten Wägung 0,1836 Grm.; die Gewichtszunahme war also 35,7 pC. und 12,5 pC. Der Rückstand in der Kugel gab in Wasser gelöst und mit Silber gefällt 0,1591 Grm. Chlorsilber, entsprechend 0,0404 Grm. oder 24,7 pC. Salzsäure vom Gewicht des Hydrobenzamids. Im Rückstand ist also wieder genau so viel Salzsäure enthalten, als zur Bildung von Salmiak mit dem Stickstoff in der ganzen Menge des angewandten Hydrobenzamids — 0,1632 Grm. — erforderlich ist, aber auch bei diesem Versuch ist organische Substanz — 0,0200 Grm. — entwichen. — Der Umstand, dafs das Hydrobenzamid nicht dünn genug ausgebreitet werden konnte, erklärt die Langsamkeit der Gewichtsabnahme.

Aus allen diesen Versuchen folgt, dafs das Hydrobenzamid sich bei Behandlung mit Salzsäure zerlegt, und zwar eine nicht flüchtige Atomgruppe entsteht, welche beide Atome Stickstoff und 2 At. Salzsäure zurückhält, während eine andere stickstofffreie Atomgruppe sich langsam verflüchtigt. Der nichtflüchtige Rückstand ist weifs, fest, wird von wasserfreiem Aether nicht verändert, von absolutem Alkohol unter Abscheidung von Salmiak gelöst.

Obgleich es wohl gelingen wird, über diese Vorgänge sich Licht zu verschaffen, so fehlt es mir doch jetzt an Zeit, diese langwierigen Versuche zu verfolgen.

*Einwirkung der Wärme auf das mit Salzsäure gesättigte Hydrobenzamid.*

20 bis 25 Grm. Hydrobenzamid wurden in einer tubulirten Retorte mit getrocknetem Chlorwasserstoff unter Abkühlung gesättigt und dann bei fortdauerndem Zuströmen des Gases im Oelbade langsam erhitzt. Bei 100° nimmt die Masse eine rothe Farbe an, bläht sich etwas auf und wird flüssiger; bei 160° geräth sie in's Aufwallen und stöfst Dämpfe aus, die sich im Retortenhalse zu einem gelblichen, leichtflüssigen Oel verdichten. Das Aufschäumen läfst bald nach, das Oel fährt jedoch fort, bei einer nach und nach erhöhten Temperatur langsam überzugehen, während in der Retortenwölbung ein weisses Sublimat bemerkbar wird. Als bei 230° nur sehr wenig Oel mehr überdestillirte, beendigte ich die Operation. Ich habe diesen Versuch, der bei der genannten Menge Hydrobenzamid 1½ bis 2 Tage dauerte, dreimal wiederholt und immer genau dieselben Erscheinungen beobachtet.

A. *Das ölige Destillat.* — Dieses Oel enthielt noch mechanisch absorbirte Salzsäure, etwas färbende harzartige Substanz und feste krystallinische Producte. Letztere bestehen

theilweise aus dem oben erwähnten krystallinischen Sublimat, theilweise aber auch aus einem anderen Körper, der sich gewöhnlich beim Aufbewahren des rohen Oels in sechsseitigen klaren Tafeln abscheidet und bei Luftzutritt schnell weiß und undurchsichtig wird. Die Natur der Tafeln konnte der geringen Quantität wegen nicht ermittelt werden; aus dem reinen rectificirten Oel bilden sie sich unter keinerlei Umständen.

Um die Flüssigkeit von diesen Beimengungen zu befreien, wurde sie in eine kleine Retorte gebracht, bei  $100^{\circ}$  trockene Kohlensäure übergeleitet, bis alle Salzsäure ausgetrieben war, und darauf die Temperatur erhöht; bei  $210^{\circ}$  gerieth die Flüssigkeit in schwaches Kochen und destillirte schnell über. Es ist hierbei zu bemerken, daß sie schon bei  $100^{\circ}$  anfang überzugehen und bei  $170^{\circ}$  schnell, ohne zu kochen, sich im Kohlensäurestrom verflüchtigte. Der bei  $100^{\circ}$  übergegangene Theil wurde in einem Proberöhrchen im Oelbade erhitzt und gerieth bei  $210^{\circ}$  in's Kochen, war also identisch mit dem zuletzt auftretenden Destillat. Weil die Flüssigkeit in hohem Grade die Eigenschaft besitzt, unter ihrem Siedepunkt zu verdampfen, wurde dieser Umstand zu ihrer vollständigen Reinigung benutzt; das bei  $210^{\circ}$  überdestillirte Oel war nämlich immer gemengt mit der festen krystallinischen Substanz, die beim Erwärmen im Gasstrome auf nur  $170^{\circ}$  vollständig zurückblieb.

Die so gereinigte Flüssigkeit war farblos, roch schwach und angenehm, etwas nach Benzonnitril, beim Erwärmen scharf und durchdringend und schien sich an der Luft nicht zu verändern. Ueber ihren Siedepunkt habe ich wegen der geringen Menge keine genauen Bestimmungen ausführen können.

0,3185 Grm. lieferten 0,8057  $\text{CO}_2$  und 0,1354 HO.

0,2545 „ „ mit Kalk geglüht 0,2476 AgCl.

0,4080 „ „ mit Natronkalk geglüht 0,0112 N.

0,3172 Grm. lieferten mit Natronkalk geglüht 0,0091 N.

Die procentische Zusammensetzung ist also :

C	69,00	—
H	4,72	—
N	2,75	2,87
Cl	24,07	—
100,54.		

Wollte man aus diesen Zahlen eine Formel berechnen, so würden auf 1 At. Stickstoff 58 At. Kohlenstoff und 3,4 At. Chlor kommen. Es wäre aber unwahrscheinlich, daß eine Flüssigkeit mit so hohem Atomgewicht einen verhältnißmäßsig so niedrigen Siedepunkt besäße, und die Vermuthung lag nahe, sie als ein Gemisch einer stickstoffhaltigen Substanz mit einer chlorhaltigen anzusehen; der Stickstoff könnte als Benzonitril vorhanden sein, welches oft bei den Umsetzungen des Hydrobenzamids auftritt. Es berechnen sich dann (aus 2,81 pC. Stickstoff) 20,68 pC. Benzonitril, die 16,8 pC. C, 1,00 pC. H und 2,81 pC. N enthalten. Der rückständige Körper würde sein :

	Berechnet	
	für $C_{23}H_{12}Cl_2$	$C_{14}H_7Cl$ (Chlortoluenyl)
C	65,24	66,90      66,40
H	4,63	4,78      5,55
Cl	30,12	28,30      28,07.

Es ist natürlich, daß bei dieser Berechnung, wo eine so kleine Quantität Stickstoff zu Grunde liegt, sich kein scharfes Resultat erwarten läßt.

Die alkoholische Lösung giebt beim Erwärmen mit Silber-salz den Chlorgehalt wie es scheint vollständig ab. Ich habe auf diese Weise 19,5 pC. Cl gefunden, das Fehlende kann von Verdunstung während des Erwärmens herrühren. Mit Silberoxyd in alkoholischer Lösung gekocht bildet sich ebenfalls Chlorsilber, obgleich langsam. Durch Kochen mit

weingeistigem Kali hoffte ich das Benzonitril in Ammoniak und Benzoësäure zu zerlegen und aus der chlorhaltigen Verbindung, vermuthlich Chlortoluenyl, Benzalkohol zu gewinnen.

Ich behandelte das Oel anhaltend bei 100° mit alkoholischer Kalilösung; das Uebergelende wurde mehrfach zurückgegossen, bis die Einwirkung beendigt schien. Beim Lösen der durch Erwärmen im Wasserbade von Alkohol befreiten Masse in Wasser schied sich ein Oel von eigenthümlichem, von dem des ursprünglichen Oels ganz verschiedenem Geruch ab, das in Wasser ziemlich löslich war, mit Kali aber wieder ausgefällt werden konnte. Es wurde mit Chlorcalcium entwässert und im Kohlensäurestrom destillirt, ging jedoch leider durch einen Zufall verloren.

Die alkalische Salzlösung gab mit Salzsäure übersättigt einen schuppig-krystallinischen Niederschlag, welcher Benzoësäure war; der überdestillirte Spiritus war stark ammoniakhaltig.

Eine geringe Menge des mit Kali behandelten Oeles, welche gerettet war, wurde vorsichtig in kalte Schwefelsalpersäure getropft. Es entwickelten sich rothe Dämpfe, und nach einigen Stunden schieden sich kleine kurze Krystallnadeln aus, die nach dem Waschen sich in kohlensaurem Natron unter Aufbrausen lösten. Diese Säure gab nach dem Lösen in Ammoniak mit Silber einen weissen Niederschlag; 0,0373 des Niederschlags bei 100° getrocknet lieferten 0,0192 Grm. Chlorsilber, entsprechend 38,7 pC. Silber; das nitrobenzoësäure Silber verlangt 39,4 pC. Silber.

Weil der Hauptbestandtheil der obigen Flüssigkeit der Untersuchung entzogen war, liefs sich die oben ausgesprochene Ansicht, dafs sie ein Gemenge von Benzonitril und Chlortoluenyl sei, nicht beweisen; die Entstehung der Nitrobenzoësäure bei Behandlung mit Schwefelsalpersäure spricht jedenfalls zu Gunsten derselben.



**B. Der Retortenrückstand.** Nach dem Erkalten bildete dieser eine rothbraune harte amorphe Masse, die beim Kochen mit absolutem Alkohol langsam erweichte und sich zuletzt größtentheils auflöste.

1. Das *Ungelöste* besteht aus der schon vorhin erwähnten Verbindung, die theilweise in der Retortenwölbung sublimirte. Nachdem sie durch Auswaschen mit gewöhnlichem Spiritus von färbender Mutterlauge befreit war, wurde sie aus einem kochenden Gemisch von absolutem Weingeist und Aether umkrystallisirt. Wegen ihrer Schwerlöslichkeit ist es vortheilhaft, die Mutterlauge nach dem Erkalten von den abgetrennten Krystallen abzugießen und wieder zur Lösung neuer Quantitäten anzuwenden; jeder auf dem Filter gesammelte Niederschlag wird sogleich mit Alkohol gewaschen und zwischen Papier abgepresst und nicht wieder mit der Mutterlauge in Berührung gebracht, weil er aus dieser schnell Farbstoff aufnimmt. Nach ein oder zwei Krystallisationen ist die Verbindung vollkommen rein.

Aus kochendem absolutem Alkohol, von welchem 100 Theile 0,35 Theile lösen, krystallisirt sie beim Erkalten in sehr dünnen kleinen Blättchen, die sich in der Flüssigkeit schwebend erhalten; 100 Theile absoluter Alkohol lösen bei 16° 0,07 Theile der Verbindung; aus kochendem Aether, von welchem 100 Theile 0,72 Theile lösen, krystallisirt sie in feinen Nadeln. — Beim Erhitzen gibt sie kein Wasser ab. Sie schmilzt bei 205°\*), erstarrt beim Erkalten strahlig-krySTALLINISCH, sublimirt in höherer Temperatur langsam in feinen Nadeln, siedet bei 290° noch nicht, kommt aber in noch höherer Temperatur ins Kochen und condensirt sich in öligen, nachher strahlig erstarrenden Tropfen.

---

\*) Die in dieser Abhandlung angeführten Temperaturangaben sind uncorrigirte.

1. 0,2073 Grm. Substanz lieferten 0,644 CO<sub>2</sub> u. 0,0958 HO.
2. 0,2677 " " " 0,8286 " " 0,1255 "
3. 0,2783 " " " beim Glühen mit Natronkalk 0,0253 N.
4. 0,1390 Grm. Substanz lieferten beim Glühen mit Natronkalk 0,0119 N.
5. 0,1674 Grm. Substanz lieferten beim Glühen mit Natronkalk 0,0142 N.

Aus diesen Analysen berechnet sich die procentische Zusammensetzung :

	1.	2.	3.	4.	5.
C	84,72	84,42	—	—	—
H	5,13	5,21	—	—	—
N	—	—	9,09	8,57	8,51

Die Analyse 2 ist mit Substanz ausgeführt, die durch Sublimation im Kohlensäurestrom gereinigt war; zu den übrigen Analysen diente nur aus Alkohol umkrystallisirte Substanz.

Es ist schwer, aus den gefundenen Zahlen eine wahrscheinliche Formel zu berechnen. Am nächsten stimmt die empirische Zusammensetzung mit der des Lophins, mit welcher ich die Verbindung vorläufig isomerisch betrachte :

Lophin	C <sub>42</sub> H <sub>16</sub> N <sub>2</sub>
C	85,14
H	5,40
N	9,46
	100,00.

Die Verbindung besitzt keine basischen Eigenschaften. Mit Salzsäure und Alkohol gekocht wird sie nicht verändert. Ein Decigrm. der Substanz mit trockenem Chlorwasserstoff behandelt nahm eine rothgelbe Farbe an, die beim Ueberleiten von trockener Luft wieder verschwand; das Gewicht war unverändert geblieben. Auch beim Kochen mit alkoholischer Kalilösung konnte keine Veränderung bemerkt werden.

Um eine Controle für die angenommene Formel zu erhalten, stellte ich die Nitroverbindung dar. Die Verbindung löste sich augenblicklich in der concentrirtesten Salpetersäure unter tief rother, später verschwindender Färbung auf.

Nach 24 stündigem Stehen wurde die Lösung in Wasser gegossen, wobei sich die Nitroverbindung als gelbes Pulver abschied. Dieses ist in Aether leicht, in kaltem Alkohol schwer, in kochendem Alkohol leichter löslich. Aus kochendem Aetherweingeist schied es sich beim Erkalten in Flocken ab, die unter dem Mikroskop aus feinen Fäden zusammengesetzt erschienen; es wurde nochmals in kochendem Alkohol gelöst und der beim Erkalten abgesetzte Niederschlag abgepresst und über Schwefelsäure getrocknet.

Die Nitroverbindung bildet eine zusammenhängende, bröckliche Masse von gelblichweisser Farbe, schmilzt bei 100° und erstarrt zu einer amorphen, gelben, spröden Masse, die beim Reiben stark electricisch wird. In höherer Temperatur zersetzt sie sich und verkohlt ohne zu verpuffen.

Beim Schmelzen verlor die Substanz 0,5 bis 0,6 pC. am Gewicht und wurde so vorbereitet analysirt.

1. 0,1542 Grm. lieferten 0,378 CO<sub>2</sub> und 0,055 HO.

2. 0,253 „ „ mit Kupferoxyd und vorgelegtem Kupfer verbrannt 0,03448 N.

	Berechnet	Gefunden
C <sub>42</sub>	65,28	66,77
H <sub>14</sub>	3,63	3,96
N <sub>4</sub>	14,51	13,63
O <sub>8</sub>	16,58	15,64
	<hr/> 100,00	<hr/> 100,00

Die der Analyse am nächsten kommende Formel ist C<sub>46</sub>H<sub>16</sub>N<sub>4</sub>O<sub>8</sub>, welche C = 66,9, H = 3,9 und N = 13,6 verlangt; ich gebe jedoch der Formel C<sub>42</sub>H<sub>14</sub>(NO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>N<sub>2</sub> den Vorzug, weil sie dann als Nitroverbindung der Verbindung

$C_{42}H_{16}N_2$  erscheint und die Differenz der Analyse mit der Rechnung von einer geringen Beimengung dieser letzteren ( $C_{42}H_{16}N_2$ ) herrühren kann.

2. Die von der Verbindung  $C_{42}H_{16}N_2$  abfiltrirte alkoholische Lösung versetzt man mit warmem Wasser bis zur eintretenden Fällung und entfernt den Alkohol durch Destillation. Es sondert sich dabei zuerst ein Harz in schwarzen, geschmolzenen Klümpchen ab; nach dem Erkalten der an Alkohol armen Flüssigkeit erscheint ein gelblicher krystallinischer Niederschlag, der die Salzsäureverbindung einer Base ist; später fällt ein gelber, öllartiger Körper und nach einigen Tagen setzen sich weißgelbe, sphärisch zusammengeballte, undeutlich krystallinische Massen ab. Die Mutterlauge ist jetzt fast farblos und enthält hauptsächlich nur die leichtlösliche Salzsäureverbindung einer anderen Base, die durch Abdampfen gewonnen wird.

A. Die zuerst auftretende krystallinische Salzsäureverbindung, durch Kochen mit etwas schwachem Weingeist von vielleicht mit abgesetztem öligem Körper gereinigt, wird in kochendem, mit wenig Salzsäure vermischem Weingeist gelöst und die filtrirte noch warme Flüssigkeit mit überschüssiger Salzsäure versetzt, welche das Salz beinahe vollständig in Form kleiner, aus concentrisch gruppirten Nadeln bestehenden Nadeln abscheidet. Man reinigt es nöthigenfalls durch nochmaliges Umkrystallisiren, löst es dann in Alkohol, scheidet mit Ammoniak die freie Base ab und gewinnt diese endlich nach dem Umkrystallisiren aus Weingeist vollkommen rein.

Die reine Base krystallisirt in feinen, locker zusammengehäuften, seidenglänzenden Nadeln, die hie und da sternförmig gruppirt sind. Sie enthält kein Wasser. Mit Alkohol befeuchtet und auf die Thermometerkugel geklebt, schmilzt sie beim Erhitzen im Luftbade bei  $270^{\circ}$ , sublimirt schon in weit niedrigerer Temperatur und erstarrt beim Erkalten kry-

stallinisch. — 100 Theile absoluter Alkohol lösen bei 20° 0,86 Theile der Basis; 100 Theile kochender absoluter Alkohol lösen 2,75 Theile; 100 Theile wasserfreier Aether lösen bei 21° 0,32 Theile. Von Wasser wird die Basis nicht oder in sehr geringer Menge aufgenommen. Ihre alkoholische Lösung reagirt kaum merklich alkalisch. Mit Säuren geht sie krystallisirende Verbindungen ein und das chlorwasserstoffsäure Salz giebt mit Goldchlorid und Platinchlorid Doppelsalze.

1. 0,1622 Grm. der reinen Basis lieferten 0,5022 CO<sub>2</sub> u. 0,0812 HO.
2. 0,2075 „ „ „ „ „ 0,6489 „ „ 0,1062 „
3. 0,1598 „ mit Natronkalk geglüht lieferten 0,0114 N.

Berechnet nach der Formel	Gefunden			
	C <sub>42</sub> H <sub>16</sub> N <sub>2</sub>	1.	2.	3.
C	85,14	84,44	85,29	—
H	5,40	5,57	5,68	
N	9,46	—	—	7,13
	100,00			

Die salzsaure Verbindung ist in kaltem Alkohol leicht löslich, noch mehr in warmem; beim Kochen mit Wasser giebt sie Salzsäure ab und wird basisch. Aus salzsäurehaltigem Alkohol krystallisirt sie in kleinen weissen weichen Körnern, aus concentrisch gruppirten Nadeln bestehend. Beim freiwilligen Verdunsten ihrer nicht mit freier Säure vermischten alkoholischen Lösung habe ich gröfsere glänzende, sternförmig gruppirte Nadeln bekommen, selten vereinzelte Nadeln.

Beim Erhitzen im Luftbade giebt dieses Salz Wasser und Salzsäure ab, schmilzt bei 145° bis 150° und erstarrt beim Erkalten amorph. Die beim Trocknen stattfindende Zersetzung zeigen folgende Analysen :

1. 0,0850 Grm. über Schwefelsäure getrocknet gaben mit Silberlösung gefällt 0,0345 Grm. Chlorsilber.

2. 0,5091 Grm. über Schwefelsäure getrocknet wogen nach dem Erhitzen auf  $120^{\circ}$ , bis das Gewicht constant blieb, 0,4850 Grm.  
 0,1924 Grm. dieser bei  $120^{\circ}$  getrockneten Substanz lieferten beim Fällen mit Silberlösung 0,0790 Grm. Chlorsilber.
3. 0,2060 Grm. über Schwefelsäure getrocknet wogen nach dem Trocknen bei  $145^{\circ}$ , wobei die Substanz zusammensinterte, 0,1902 Grm. und lieferten mit Silberlösung gefällt 0,714 Grm. Chlorsilber.
4. 0,3078 Grm. über Schwefelsäure getrocknet wogen nach dem Trocknen bei  $145^{\circ}$  0,2870 Grm.

	1.	2.	3.	4.	Berechnet für die Formel $C_{12}H_{16}N_2, HCl$ + 2 HO
Gefundener Chlorgehalt	10,05	10,15	9,28	—	—
Auf nicht getrocknete Substanz berechneter Chlorgehalt . . . . .	10,05	9,68	8,56	—	10,13
Totalverlust b. Trocknen	—	4,73	7,67	6,76	4,88.

Es scheint mir hieraus zu folgen, daß das Salz 2HO enthält, das bei  $120^{\circ}$  nicht vollständig entweicht; aber schon bei dieser Temperatur geht Salzsäure fort und bei  $145^{\circ}$  findet tiefer eingreifende Zersetzung statt. Die Elementaranalysen, welche mit bei  $145^{\circ}$  getrockneter Substanz ausgeführt wurden, sind sämmtlich unverwerthbar.

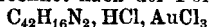
Wenn man die sehr viel überschüssige Salzsäure enthaltende alkoholische Lösung des Salzes schnell im Wasserbade verdampft bis zur vollständigen Verjagung des Alkohols, so bekommt man ein aus feinen Schuppen bestehendes Salz, welches wasserfrei zu sein scheint.

Eine warme alkoholische Lösung der Salzsäureverbindung mit einer ebenfalls warmen Goldchloridlösung versetzt, scheidet beim Erkalten schöne goldgelbe, zusammengereichte flache

Nadeln aus. Sie sind in Alkohol, besonders in der Wärme, ziemlich löslich, weniger in Wasser.

1. 0,1918 Grm. über Schwefelsäure getrocknet verloren bei 100° bis 107° kein Wasser und hinterließen nach dem Glühen 0,0594 Grm. Gold.
2. 0,2064 Grm. lieferten 0,2938 Grm. Kohlensäure und 0,0463 Grm. Wasser.

Berechnet nach der Formel



	Berechnet	Gefunden
C	39,62	38,82
H	2,67	2,49
N	—	—
Au	30,97	30,97
Cl	—	—

Platinchlorid bringt in der alkoholischen Lösung der Salzsäureverbindung ebenfalls einen Niederschlag hervor, welcher anfangs beinahe weiß ist, später gelb wird und aus kurzen Nadeln besteht. Er ist in Wasser und absolutem Alkohol schwer löslich, wird etwas mehr von verdünntem Alkohol aufgenommen, noch leichter von kochendem, mit vieler Salzsäure vermischem Alkohol, woraus er sich beim Erkalten als gelbes, körniges Krystallpulver abscheidet.

1. 0,5661 Grm. der umkrystallisirten Verbindung, bei 110° getrocknet, lieferten 0,1009 Grm. Platin.
2. 0,4881 Grm. der nicht umkrystallisirten Verbindung wogen nach dem Trocknen bei 115° 0,4457 Grm.  
0,1694 Grm. dieses bei 115° getrockneten Salzes hinterließen nach dem Glühen 0,0306 Grm. Platin.  
0,2405 Grm. derselben Substanz lieferten 0,4444 Grm. Kohlensäure (die Wasserbestimmung verunglückte).
3. Das Salz war bereitet durch Vermischen einer warmen Platinlösung mit der warmen Auflösung der Base in stark salzsäurehaltigem Weingeist.

0,3269 Grm. über Schwefelsäure getrocknet wogen nach dem Trocknen bei 120° 0,2987 Grm.

0,2068 Grm. des bei 120° getrockneten Salzes hinterließen nach dem Glühen 0,0189 Grm. Platin.

0,0811 Grm. derselben Substanz lieferten beim Glühen mit kohlensaurem Natron 0,0154 Grm. Platin und 0,0690 Grm. Chlorsilber.

Berechnet nach der Formel $C_{42}H_{16}N_2, HCl, PtCl_2$	Gefunden			
	1.	2.	3.	
C 50,15	—	50,40	—	—
H 3,38	—	—	—	—
N —	—	—	—	—
Pt 19,70	17,82	18,06	17,7	18,99
Cl 21,19	—	—	—	21,23.

$C_{42}H_{16}N_2, HCl, PtCl_2 + 5 HO$  verlangen :

	berechnet	gefunden	
		2.	3.
Wasser	8,4	8,68	8,63.

Das entwässerte Salz nimmt das Wasser mit der größten Begierde wieder auf.

Aus diesen Daten konnte man vermuthen, daß die beschriebene Base Lophin sei. Zur sicheren Entscheidung stellte ich mit Lophin, welches früher von Dr. Göfsmann\*) selbst dargestellt war, einige vergleichende Versuche an. Die Löslichkeitsverhältnisse (siehe Anhang), der Schmelzpunkt und das ganze übrige Verhalten der freien Base stimmten bei meinem und Göfsmann's Lophin vollkommen überein. Die Salzsäureverbindung verhielt sich bei beiden vollkommen ähnlich, die Göfsmann'sche schmolz bei 147° und verlor dabei 7,55 pC. am Gewicht. — Um so mehr muß es auffallen,

\*) Diese Annalen XCVII, 283.



dafs Göfsmann die Salzsäureverbindung in grofsen, durchsichtigen Nadeln erhalten hat, die 1 At. Wasser enthielten, und dafs er das Platinsalz als das am leichtesten lösliche Lophinsalz beschreibt; von einem Wassergehalt desselben erwähnt er Nichts. Dagegen zeigt die von Göfsmann dargestellte Verbindung von 4 Lophin + 3 Platinchlorid seiner Beschreibung nach viel Aehnlichkeit mit meinem Platindoppelsalz, er spricht aber nicht von darin vorkommendem Wasser. Der Umstand, dafs ich bei den drei ersten Platinbestimmungen, die mit gröfseren Mengen und sehr umsichtig ausgeführt wurden, constant beinahe 2 pC. Platin zu wenig erhielt, machen eine neue Untersuchung dieses Salzes wünschenswerth.

B. *Der gelbe ölartige Körper und die zuletzt sich absetzende, aus grofsen Krystallen bestehende Salzsäureverbindung.* — Man bekommt diese Körper mehr oder weniger mit einander vermischt; der ölförmige löst sich in kochendem Wasser und verdünntem Weingeist schneller und leichter, als der krystallisirte, setzt sich aber aus einer Lösung gewöhnlich zuerst ab. Diesen Umstand habe ich zur vorläufigen Trennung benutzt und dann die gelbe Krystallmasse durch Umkrystallisiren aus salzsäurehaltigem Weingeist gereinigt, so wie bei dem salzsauren Lophin beschrieben wurde. Ich bekam auf diese Weise nach Entfernung der zuerst ausgeschiedenen kleinen Mengen sehr gefärbten Salzes farblose, durchsichtige und glänzende kurze Blätter oder Nadeln. Wurden diese durch Erkalten einer salzsäurehaltigen alkoholischen Lösung gewonnenen Krystalle in reinem Weingeist gelöst und die Lösung der freiwilligen Verdunstung überlassen, so schieden sich zuerst flache sechsseitige durchsichtige Krystalle aus, später feine weisse Nadeln. Eben so verhielt sich eine mit Salzsäure stark angesäuerte Lösung.

Die Nadeln wurden mit etwas Alkohol von den sechsseitigen Krystallen abgespült und diese dann analysirt.

1. 0,3000 Grm. über Schwefelsäure getrocknet wogen nach dem Trocknen bei  $110^{\circ}$  0,2998 Grm.  
0,1128 Grm. des so getrockneten Salzes lieferten beim Fällen mit Silberlösung 0,0492 Grm. Chlorsilber.
2. 0,0804 Grm. einer andern Bereitung verloren, zuletzt bei  $145^{\circ}$  getrocknet, 0,0037 Grm. und lieferten beim Fällen mit Silberlösung 0,0331 Grm. Chlorsilber.

Berechnet nach der Formel		Gefunden	
$C_{42}H_{16}N_2, HCl$		1.	2.
Chlor	10,68	10,79	10,64.

Berechnet nach der Formel		Gefunden
$C_{42}H_{16}N_2, HCl + 2 HO$		
Wasser	4,88	4,60.

Von einer andern Quantität wurde das Platinsalz dargestellt, das beim Vermischen der Lösungen als gelbes, nach dem Trocknen röthliches Krystallpulver niederfiel.

- 0,2218 Grm. wogen nach dem Trocknen bei  $110^{\circ}$  0,2134 Grm. Nach dem Glühen mit kohlen-saurem Natron wurden erhalten 0,0400 Grm. Platin und 0,1969 Grm. Chlorsilber.

Berechnet nach der Formel		Gefunden
$C_{42}H_{16}N_2, HCl, PtCl_2 + 2 HO$		
Chlor	20,46	21,95
Platin	19,02	18,02
Wasser	3,46	3,79.

Das getrocknete Salz war sehr hygroscopisch.

Von dem Rest der Salzsäureverbindung, sowohl der Nadeln als größeren Krystalle, wurde mit Ammoniak die Base gefällt und aus Alkohol umkrystallisirt; sie war dem Lophin vollkommen ähnlich. Das zuerst und das zuletzt Auskrystallisirte wurde für sich zur Bestimmung des Schmelzpunkts benutzt; er war für beide  $270$  bis  $272^{\circ}$ . Die ver-

schiedenen geringen Mengen der Basen wurden vereinigt und analysirt.

0,1692 Grm. erlitten bei 110° keinen Gewichtsverlust und lieferten 0,5296 Grm. Kohlensäure und 0,0880 Grm. Wasser.

	Berechnet nach der Formel $C_{42}H_{16}N_2$	Gefunden
C	85,14	85,36
H	5,40	5,77
N	9,60	—

Wurde aus der freien Base die Salzsäureverbindung wieder dargestellt, so schied sie sich wie bei dem Lophin in kleinen weissen Warzen aus.

Die geringe mir zu Gebote stehende Menge gestattete keine weiteren Bestimmungen, und ich muß die Frage unentschieden lassen, ob es verschiedene Modificationen des Lophins giebt, oder ob die beobachteten Verschiedenheiten der Salzsäureverbindungen von andern Umständen herrühren, z. B. von Einmischung anderer, in ihrer Zusammensetzung sehr ähnlicher Basen.

Der gelbe ölarartige Körper, dessen Menge im Ganzen nicht so unbedeutend ist, weil er allen Verbindungen als Verunreinigung anhängt, hatte nach längerem Stehen keine Krystalle mehr abgesondert. In Alkohol gelöst, mit Salzsäure versetzt und gekocht und darauf abgedampft, blieb er unverändert. Ich löste ihn wieder in absolutem Alkohol, setzte eine alkoholische Kalilösung bis zur stark alkalischen Reaction hinzu, sättigte mit Kohlensäure, vermischte mit Aether und verdampfte die abgehobene ätherische Lösung; sie setzte Krystalle ab, die aus der Lösung in absolutem Alkohol beim freiwilligen Verdunsten in kleinen Nadeln wieder anschossen. — Diese Base ist ziemlich löslich in kaltem Alkohol, leichter in warmem und scheidet sich in sternförmig angeordneten, schief zugespitzten Nadeln daraus ab. Die Nadeln sind

solider, kürzer und schärfer ausgebildet, als beim Lophin, und besitzen einen stärkeren, nicht seideartigen Glanz. Die alkoholische Lösung reagirt stark alkalisch.

1. 0,0561 Grm. bei 120° getrocknet lieferten 0,1727 CO<sub>2</sub> und 0,0355 HO.
2. 0,0644 Grm. bei 105° getrocknet lieferten 0,1991 CO<sub>2</sub> und 0,0392 HO.

	Berechnet nach der Formel C <sub>42</sub> H <sub>20</sub> N <sub>2</sub>	Gefunden	
		1.	2.
C	84,00	83,96	84,32
H	6,66	7,03	6,76
N	9,34	—	—

Die beiden analysirten Substanzen waren bei verschiedenen Darstellungen gewonnen. — Der Schmelzpunkt war für beide derselbe, nämlich 200° beim Erhitzen in dünnen Glasröhren im Oelbade. Sie erstarrten wieder krystallinisch, verloren aber diese Eigenschaft, wenn sie längere Zeit auf 200° erhalten wurden; bei stärkerem Erhitzen trat Zersetzung ein (in eine feste und eine flüssige Substanz).

Diese Base ist also vom Lophin und, wie der Schmelzpunkt namentlich zeigt, auch vom Amarin verschieden. Um sie genauer zu untersuchen hatte ich kein Material, die Formel kann daher nur als eine vorläufige angesehen werden. Dafs sie als Verunreinigung in dem vorher beschriebenen Producte enthalten war, ist leicht möglich.

Der von dieser Base getrennte ölige Theil wurde nicht weiter untersucht. Ich will nur anführen, dafs er sich in Schwefel-Salpetersäure ohne Entwicklung rother Dämpfe löste und beim Verdünnen mit Wasser als chromgelbes Pulver niederfiel. Dieses gelbe Pulver, wahrscheinlich eine Nitroverbindung, wird von kochendem absolutem Alkohol etwas gelöst und scheidet sich beim Erkalten braungelb und krystallinisch ab; das Nichtgelöste schmilzt harzartig zusam-

men. Salzsäurehaltiger Weingeist scheint es leichter zu lösen.

C. *Die farblose, wässrige Mutterlauge.* — Die nach Abscheidung aller schon beschriebenen Verbindungen übrig bleibende Mutterlauge wird nach der Concentration im Wasserbade dickflüssig und sondert nach dem Erkalten eine Oelschicht ab, erstarrt aber zu einer krystallinischen Masse, wenn sie während des Erkaltes fleißig umgerührt wird. Die Krystallmasse wird abgepresst und in wenig warmem absolutem Alkohol gelöst, aus welchem die salzsaure Verbindung einer Basis herauskrystallisirt, die durch Umkrystallisiren zu reinigen ist.

Diese Verbindung ist in Wasser und Alkohol leicht löslich, in warmem Wasser wie es scheint in allen Verhältnissen; von kaltem Wasser wird die einmal krystallisirte Verbindung jedoch ziemlich langsam aufgenommen. Beim freiwilligen Verdunsten der alkoholischen Lösung scheidet sie sich in durchsichtigen, zusammengewachsenen Tafeln ab. — Diese Krystalle enthalten kein Wasser, schmelzen bei 220° und erstarren amorph. Bei stärkerem Erhitzen (aber noch unter 300°) zerfallen sie in eine farblose, nach Benzocnitril riechende Flüssigkeit und eine krystallinische Substanz.

0,1720 Grm. bei 100° getrocknet lieferten mit Silberlösung  
0,1010 Grm. Chlorsilber.

0,3178 Grm. lieferten beim Glühen mit Natronkalk 0,0337  
Grm. Stickstoff.

0,1573 Grm. lieferten 0,3902 Grm. Kohlensäure und 0,0758  
Grm. Wasser.

Berechnet nach der Formel

$C_{26}H_{12}N_2, HCl$

	Berechnet nach der Formel	Gefunden
C	68,71	67,65
H	5,32	5,35
N	11,45	10,60
Cl	14,52	14,54.

Platinchlorid bringt in der wässrigen Lösung des Salzes einen anfangs beinahe weissen, bald zu einer harzigen oder käsigen orangegelben Masse zusammenballenden Niederschlag hervor, der sich nach und nach in Krystallnadeln umsetzt. Wird dieses Doppelsalz mit einer zu seiner Lösung ungenügenden Wassermenge gekocht, so schmilzt es; die gesättigte warme Lösung setzt beim Erkalten das Salz zuerst in Oeltropfen, später in rothgelben, zuweilen sehr grossen Nadeln ab. Von Alkohol wird es viel leichter aufgenommen.

0,3268 Grm. über Schwefelsäure getrocknet wogen nach dem Trocknen bei  $107^{\circ}$ , wobei die Masse schmolz, 0,3131 Grm.

0,3113 Grm. des bei  $107^{\circ}$  getrockneten Salzes hinterliessen beim Glühen 0,0723 Grm. Platin.

Berechnet nach der Formel

$C_{23}H_{12}N_2, HCl, PtCl_2$	Gefunden
Platin 23,88	23,22.

Berechnet nach der Formel

$C_{23}H_{12}N_2, HCl, PtCl_2, 2 HO$	Gefunden
Wasser 4,16	4,19.

Weil die Zersetzung der salzsauren Basis in höherer Temperatur einfach zu sein schien, untersuchte ich diese Metamorphose genauer. Ich erhitzte die Hauptmenge des Salzes im Oelbade auf  $300^{\circ}$ . Die überdestillirte farblose Flüssigkeit, durch Rectification von krystallinischen Theilen gereinigt, enthielt sowohl Chlor als Stickstoff und war sehr wahrscheinlich ein Gemenge. Die Analyse führte zu keiner einfachen Formel. — Der Rückstand hatte sich theilweise gebräunt und das Meiste war sublimirt. Er war ein Gemenge zweier krystallinischer Körper, von welchen der eine schwer löslich in Alkohol war und daraus gut krystallisirte, der andere sich dagegen leicht löste. Die geringe Menge gestattete keine weitere Untersuchung.

Aus der noch übrigen geringen Menge der Salzsäureverbindung wurde die freie Basis durch Kochen mit Silberoxyd gewonnen. Sie blieb beim Verdunsten der Lösung als amorphe, chlorfreie Masse, die sich ziemlich leicht in warmem Wasser löste und beim Erkalten wieder ölig abschied; in Alkohol war sie leicht löslich, die Lösung reagierte stark alkalisch; in Aether war sie ziemlich löslich und sonderte sich beim Verdunsten ölig aus.

Beim Erhitzen des mit Chlorwasserstoff gesättigten Hydrobenzamids bilden sich also *Benzonitril*, eine *chlorhaltige Flüssigkeit von noch unbestimmter Zusammensetzung*, ein *indifferenter, mit Lophin isomerischer Stoff, salzsaures Lophin*, die *Salzsäureverbindungen zweier anderen Basen,  $C_{42}H_{20}N_2$  (?) und  $C_{23}H_{12}N_2$* , ein *öliger Körper von unbekannter Constitution nebst färbendem Harz.*

*Einwirkung des Weingeistes auf das mit Salzsäure behandelte Hydrobenzamid.*

Von wasserfreiem Aether wird die Verbindung des Hydrobenzamids mit Salzsäure nicht angegriffen, sie bleibt so zähe wie vorher, raucht an der Luft und zerlegt sich mit Wasser in Bittermandelöl und Salmiak; der Aether hinterlässt beim Verdunsten kaum einen Rückstand.

Absoluter (mit Natrium entwässerter) Alkohol zerlegt dagegen die Verbindung in Salmiak und ein oder mehrere flüssige Substanzen. Wird die vom Salmiak abfiltrirte alkoholische Lösung im Wasserbade vom Weingeist befreit und der Rückstand mit eingesenktem Thermometer destillirt, so geht die größte Menge zwischen 180 und 215° über. Dieses Destillat riecht sehr angenehm, enthält kein Chlor und keinen Stickstoff und besteht zum Theil aus Bittermandelöl; es giebt beim Schütteln mit einer Lösung von saurem schwefligsaurem Natron Krystalle und setzt beim Stehen an der Luft

Benzoësäure ab. Die Benzoësäure wurde in das Silbersalz übergeführt und dieses analysirt.

0,2230 Grm. bei 100° getrocknet lieferten 0,1049 Silber.

Für das benzoës. Silber berechnen sich : Silber 47,16 pC.

Gefunden wurden : „ 47,04 „

Von dem Destillat wurden zwei Portionen analysirt, und zwar die zwischen 195 u. 205° und 205 u. 215° überdestillirenden Theile.

1. 0,1909 Grm. (Siedepunkt 195 bis 205°) lieferten 0,5186 CO<sub>2</sub> und 0,1307 HO.

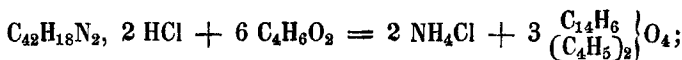
2. 0,2039 Grm. (Siedepunkt 205 bis 215°) lieferten 0,5565 CO<sub>2</sub> und 0,1420 HO.

	Berechnet nach der Formel		Gefunden	
	C <sub>22</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	C <sub>22</sub> H <sub>18</sub> O <sub>4</sub>	1.	2.
C	74,7	73,3	74,09	74,43
H	7,7	8,8	7,78	7,74
O	17,6	17,9	—	—
	100,0	100,0		

Ogleich die Analysen weit besser mit der ersten Formel übereinstimmen, halte ich doch die Substanz nach der zweiten zusammengesetzt und schreibe dem noch beigemengten Bittermandelöl die Abweichungen der Zahlen zu. Die Verbindung wäre dann der von C. Wicke entdeckte Aethyl-Benzoläther

$\left. \begin{matrix} C_{14}H_6 \\ (C_4H_5)_2 \end{matrix} \right\} O_4$ , wofür Geruch und Siedepunkt sprechen; die

Bildung aus dem mit Salzsäure gesättigten Hydrobenzamid auf Zusatz von Weingeist erfolgte nach der Gleichung :



und das beigemengte Bittermandelöl rührt von einem Gehalt des Weingeistes an Wasser her, welches er trotz aller Sorgfalt aus der Luft wieder aufgenommen hatte.



*Anhang.* — Bei der Reinigung des Bittermandelöls habe ich die Beobachtung gemacht, daß es mit Chlorcalcium eine feste Verbindung eingeht. Trägt man in trockenes Bittermandelöl fein gepulvertes Chlorcalcium, so erstarrt die Masse unter Wärmeentwicklung; fügt man nur wenig gepulvertes Chlorcalcium zum Bittermandelöl, so scheiden sich bald Krystalle aus, die sich leicht zersetzen.

Zwei Proben, die schnell gepreßt und gewogen wurden, lieferten bei der Analyse :

0,1217 Grm. Substanz	0,0820 Grm. Gyps	=	19,8 pC. Calcium.
0,1644 „ „	0,1310 „ „	„	23,4 „ „

Diese Zahlen entsprechen etwa 2,5 bis 3,3 Moleculen Chlorcalcium auf 1 Molecul Bittermandelöl.

Um das Hydrobenzamid in sehr schönen Krystallen zu gewinnen, kann man das Bittermandelöl mit dem gleichen Volum Aether und mit concentrirtem wässerigem Ammoniak vermischen. Beim ruhigen Stehen geht die Bildung des Hydrobenzamids sehr langsam vor sich, die Krystalle werden aber gut ausgebildet; durch Schütteln wird die Bildung des Hydrobenzamids beschleunigt, doch sind die Krystalle dann natürlich kleiner.

Zur Bestimmung der Löslichkeit einiger Körper in kaltem und kochendem Alkohol und Aether wandte ich folgende Methoden an :

Zur Bestimmung der Löslichkeit in Alkohol bei gewöhnlicher Temperatur wurden die warm gesättigten Flüssigkeiten 24 Stunden in mit Chlorcalciumröhren verschlossenen Gefäßen stehen gelassen, häufig geschüttelt, dann rasch in ein bedecktes Gefäß filtrirt, die Temperatur bestimmt, gewogen und verdunstet.

Zur Bestimmung der Löslichkeit in kochendem Alkohol und Aether wurden die Lösungen in gewogene Kugeln gebracht. Ein mehrere Linien weites Glasrohr wurde in der

Mitte zu einer Kugel aufgeblasen und an beiden Seiten der Kugel so dünn ausgezogen, daß es hier mit der Löhthrohrflamme leicht abzuschmelzen war; es wurde dann gewogen, in die eine Mündung etwas Baumwolle gesteckt und mit diesem Ende in die kochende Flüssigkeit getaucht; durch Aufsaugen wurde jetzt die Kugel zu  $\frac{3}{4}$  mit der Flüssigkeit gefüllt, wobei der Baumwollenstopfen verhinderte, daß ungelöste Theile in die Kugel gelangten, darauf zuerst das obere und dann das untere Glasrohr an der verjüngten Stelle mit dem Löhthrohr abgeschmolzen und die Kugel nebst den gereinigten Röhrenstücken wieder gewogen. Ich erhielt auf diese Weise das Gewicht der in der Kugel befindlichen Flüssigkeit, die nach dem Abbrechen der Spitzen in einen tarirten Tiegel gebracht und in diesem zugleich mit der entleerten Kugel im Wasserbade zur Trockne gebracht wurde; nachdem noch zuletzt der Tiegel mit trockenem Inhalt gewogen war, besafs ich alle Daten zur Berechnung der Löslichkeit der Substanz in der kochenden Flüssigkeit.

*Löslichkeit des indifferenten Körpers C<sub>42</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>.*

Es hatten gelöst :		es lösen also :	
1,7207 Grm. abs. Alkohol	von 16° 0,0012 Grm.;	100 Th. abs. Alkohol	0,07 Th.
1,9651 " " "	b. Siedep. 0,0064 " " " " "	" " " " "	0,33 "
1,6558 " " " "	" 0,0061 " " " " "	" " " " "	0,37 "
1,9636 " kochender Aether	0,0135 " " " Aether	" " " " "	0,69 "
1,7571 " " " "	0,0130 " " " " "	" " " " "	0,74 "

*Löslichkeit des von mir dargestellten Lophins.*

Es hatten gelöst :		es lösen also :	
2,3327 Grm. abs. Alkohol	v. 21° 0,0213 Grm.;	100 Th. abs. Alkohol	0,91 Thl.
2,0445 " " "	von 19° 0,0165 " " " " "	" " " " "	0,81 "
2,8177 " " "	b. Siedep. 0,0775 " " " " "	" " " " "	2,75 "
1,6619 " Aether	von 19° 0,0044 " " " Aether	" " " " "	0,26 "
10,4560 " " "	von 21° 0,0336 " " " " "	" " " " "	0,32 "

*Löslichkeit des von Göfsmann dargestellten Lophins.*

Es hatten gelöst :		es lösen also :	
1,9149 Grm. abs. Alkohol	von 21° 0,0161 Grm.;	100 Th. abs. Alkohol	0,84 Thl.
2,8182 " " "	b. Siedep. 0,0761 " " " " "	" " " " "	2,70 "
1,7008 " Aether	von 20° 0,0054 " " " Aether	" " " " "	0,32 "
3,4003 " " "	" " 0,0114 " " " " "	" " " " "	0,33 "

Die vorliegende Untersuchung über die Einwirkung des Salzsäuregases auf Hydrobenzamid betrachte ich keineswegs als vollendet; mir war jedoch für meinen Aufenthalt in Göttingen zu kurze Zeit zugemessen, um die noch unbeantworteten Fragen durch neue Untersuchungen erledigen zu können.

Göttingen, 8. August 1859.

---

---

Analytische Methode zur Bestimmung der Magnesia  
und der Alkalien;  
von *Th. Scheerer* \*).

---

Den zahlreichen Methoden zur Trennung der Magnesia von den Alkalien kann ich die folgende Trennungsart hinzufügen, welche sich durch ihre genauen Resultate, wie durch ihre leichte und schnelle Ausführung empfiehlt. Man bestimmt die Gewichtssumme der Magnesia-, Kali- und Natronsalze, am besten als neutrale schwefelsaure Verbindungen, löst die geschmolzene Masse in wenig Wasser und bringt die Lösung in ein kleines tarirtes Becherglas. Nach dem Wägen der Lösung gießt man etwa die Hälfte derselben in ein anderes Becherglas und bestimmt das Gewicht des zurückgebliebenen Theiles. Dadurch hat man also die gesammte Solution — und somit die Summe der Salze — in zwei genau gewogene Theile getheilt. In dem einen Theil der Solution bestimmt man nun auf gewöhnliche Weise die Magnesia durch phosphorsaures Natron, und in dem anderen Theile das Kali als

---

\*) Aus den Nachrichten von der G. A. Universität und der Königl. Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen, 1859, Nr. 16, 171.