

fache Thatsache war. Es ist also ganz natürlich, dass wir uns in der Beurtheilung der Diazoverbindungen so leicht einigen.

Strecker wurde seinerseits durch das Studium der aus den Diazokörpern erhaltenen eigenthümlichen Sulfonsäuren auf die nämliche Ansicht geführt, während dort, wie auch Römer selbst (Z. f. Ch. 1871, S. 483) vorschlägt, hier wie bei den anfänglichen Diazokörpern die andere Deutung allenfalls möglich ist. Bei der Erklärung seiner schönen Beobachtungen über die Stickstoffsulfonsäuren Fremy's, worin nicht mehr ein organisches Radical gleichzeitig dem Stickstoff anhängt, fand sich Claus unbedingt genöthigt, die Lehre von der, neben der Dreierwerthigkeit, unerlässlich anzunehmenden Fünferwerthigkeit des Stickstoffs zu umfassen. Die Beweise für die Richtigkeit einer solchen Anschauungsweise überhaupt scheinen sich mit jedem Tage zu mehren.

In Betreff der auch in fraglicher Hinsicht wichtigen Sulfonsäuren des Stickstoffs mag beiläufig bemerkt werden, dass im hiesigen Laboratorium eine Untersuchung im Gange ist, welche die nähere Erforschung wenigstens einer derselben zum Gegenstand hat.

Lund, 6. Januar 1875.

### 15. J. Uppenkamp: Beitrag zur Kenntniss der Derivate des secundären Hexylalkohols.

(Aus dem Berl. Univ.-Laborat. CCXXXIV; vorgetr. in der Sitzung vom Verf.)

Wanklyn und Erlenmeyer<sup>1)</sup> haben durch Behandlung des Mannits mit Jodwasserstoffsäure von 1.7 spec. Gew. das Jodid des secundären Hexylalkohols dargestellt. Sie beschreiben eine Reihe von Derivaten desselben; am genauesten haben sie den Alkohol und dessen Oxydationsproduct, das Methylbutylketon, ferner das Mercaptan, den Essigäther und das Hexylen untersucht.

Ich habe nun das Hexylsenföl und das sich davon ableitende primäre Monamin dargestellt. Zum Vergleich mit dem Senföl habe ich auch den isomeren Hexylsulfocyanensäureäther untersucht.

Als Ausgangspunkt für meine Arbeit diente das Hexyljodid, welches ich mit geringen Modificationen nach der Methode von Erlenmeyer und Wanklyn dargestellt habe. Ich werde diese Operation, sowie die ganze Untersuchung etwas ausführlicher in den Annalen darlegen. Das durch Destillation mit Wasserdampf gereinigte Jodid wurde direct für die Untersuchung verwendet.

#### Hexyl-Sulfocyanensäureäther.

30 Gr. Hexyljodid wurden zu einer starken alkoholischen Lösung

<sup>1)</sup> Erlenmeyer und Wanklyn, Ann. Chem. Pharm. CXXXV, S. 180.

von 30 Gr. Sulfoeyankalium gegeben und die Mischung in einem K lben mit aufrecht stehendem K hler auf dem Wasserbade erw rmt. Nach einer Stunde war die Reaction beendet. Der gebildete Aether wurde mit Wasser gef llt und mehrmals damit gewaschen. Nach dem Trocknen  ber Calciumchlorid siedet die Fl ssigkeit unzersetzt bei  $206 - 207\frac{1}{2}^{\circ}$  uncorr. (Correctur  $+ 3^{\circ}$ ).

Der Aether ist eine farblose Fl ssigkeit, die nach einiger Zeit gelblich wird, besitzt einen widrigen, lauchartigen Geruch und ist leichter als Wasser. Die Substanz wurde durch eine genaue Bestimmung des Schwefels und durch eine Verbrennung identificirt.

Die Schwefelbestimmung ergab 22.18 pCt. Schwefel, die Theorie verlangt 22.38 pCt.; die Verbrennung lieferte 58.63 pCt. Kohlenstoff und 8.97 pCt. Wasserstoff, die Theorie verlangt 58.74 pCt. Kohlenstoff und 9.09 pCt. Wasserstoff.

### Hexyl - Senf l.

160 Gr. Hexyljodid wurden mit 360 Gr. alkoholischem Ammoniak w hrend 5 Stunden in zugeschmolzenen R hren auf dem Wasserbade erhitzt. Der Alkohol nebst dem nebenbei entstandenen Hexylen wurde auf dem Wasserbade abdestillirt. Die aus den jodwasserstoffsauren Salzen abgeschiedenen Amine siedeten von  $116 - 210^{\circ}$ .

Die von  $116 - 140^{\circ}$  siedenden Amine, 39 Gr., wurden nach der Hofmann'schen Methode mit Quecksilberchlorid in das Senf l verwandelt.

Das Senf l wurde  ber Calciumchlorid getrocknet und dann destillirt.

Das Senf l siedet unzersetzt bei  $197 - 198^{\circ}$  uncorr. (Correct.  $+ 2^{\circ}$ ) Es ist eine farblose Fl ssigkeit von 0.9253 spec. Gew., hat einen entschieden senf lartigen Geruch, der jedoch milder auftritt, als bei den Senf len der niederen Reihen. Es wurde eine Schwefelbestimmung sowie eine Verbrennung gemacht. Die Analyse ergab 22.32 pCt. Schwefel, die Theorie verlangt 22.38 pCt., die Verbrennung lieferte 58.42 pCt. Kohlenstoff und 8.97 pCt. Wasserstoff, die Theorie verlangt 58.74 pCt. Kohlenstoff und 9.09 pCt. Wasserstoff. Mit Ammoniak liefert das Senf l ein krystallisirtes Thiosinnamin, mit Hexylamin entsteht ein dicker Syrup, der nicht krystallisirt erhalten wurde, wahrscheinlich Dibexylsulfoharnstoff

### Hexylamin.

20 Gr. Senf l wurden mit 60 Gr. engl. Schwefels ure im K lben mit Siederohr auf freiem Feuer erhitzt. Nachdem das Senf l gel st war, wurde die Fl ssigkeit verd nnt, und der ausgeschiedene Schwefel abfiltrirt. Aus dem Filtrat wurde mit Alkali das Amin frei gemacht. Das Amin musste, da es in Wasser etwas l slich ist mit Aether aus-

geschüttelt werden. Die ätherische Lösung wurde mit Salzsäure versetzt und dann bis zur Trockne eingedampft. Das rückständige salzsaure Amin wurde in wenig Wasser gelöst und das Amin mit Alkali abgeschieden. Es wurde mit Kalihydrat und dann mit metallischem Natrium entwässert. Es siedete constant bei  $116^{\circ}$ , das Thermometer war fast ganz im Dampf. Das Hexylamin ist eine farblose Flüssigkeit von ammoniakartigem Geruch und 0.7638 spec. Gew.

Das Hexylammoniumchlorid ist ein in schönen Blättchen krystallisiertes Salz, leicht löslich in Wasser, Alkohol und Aether. Mit Platinchlorid liefert es eine in schönen, goldgelben Blättchen krystallisierende Verbindung, die in Wasser, Alkohol und Aether leicht löslich ist.

Mittelst einer Platin-Bestimmung in diesem Doppelsalze, so wie einer Stickstoff-Bestimmung im Amin selbst, wurde die Reinheit des Hexylamins erwiesen.

Das Doppelsalz gab 32.05 pCt. Platin, die Theorie verlangt 32.13 pCt.

Die Stickstoff-Bestimmung lieferte 13.41 pCt. Stickstoff, die Theorie verlangt 13.86 pCt. Aus dem Amin wurde das sehr schön krystallisirte Monohexyltrimethylammoniumjodid erhalten.

## 16. Rud. Biedermann und A. Ledoux: Ueber Mesitol.

(Aus dem Berl. Univ.-Laborat. CCXXXV.)

(Vorgetragen in der Sitzung vom 14. December 1874 von R. Biedermann.)

Es war unsere Absicht, mittelst der schon öfter benutzten Reaction — Behandlung von Nitraminen mit concentrirter Natronlauge — vom Nitromesidin ausgehend, die Nitroverbindung des noch nicht dargestellten Oxymesitylens, des Mesitols, zu erhalten. Zugleich versprach diese Arbeit Schlüsse auf die Constitution des Mesitylens.

Zunächst wurde Mesitylen in die Mononitroverbindung übergeführt. Nach dem von den HH. Fittig und Storer<sup>1)</sup> angegebenen Verfahren — Erwärmen des Mesitylens mit concentrirter Salpetersäure im Wasserbad — arbeitend, erhielten wir kein sehr befriedigendes Resultat. Die Ausbeute wird vergrößert, wenn man das mit etwa dem gleichen Volum Eisessig gemischte Mesitylen in kleinen Portionen in ebenfalls mit dem gleichen Volum Essigsäure gemischte rauchende Salpetersäure einführt. Indessen auch auf diese Weise haben wir nie mehr als 30 pCt. des angewendeten Mesitylens an Nitromesitylen erhalten. Den Schmelzpunkt des ausserordentlich schön krystallisirenden Nitromesitylens fanden wir stets bei  $44^{\circ}$  (Fittig und Storer

<sup>1)</sup> Fittig und Storer, Ann. Chem. Pharm. 147, 1.