

#### 54. Albert R. Leeds: Ueber Cryptidin.

(Eingegangen am 21. December; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Wenn man Xylidinacrolein, dessen Bereitung in einer früheren Mittheilung angegeben ist, der trockenen Destillation unterwirft, so gehen einige Oeltropfen mit eigenthümlichem Geruch über. Eine beträchtliche Menge desselben wurde nach sorgfältiger Reinigung bei 110° völlig getrocknet und fein pulverisirt. Hiervon wurden dann kleine Theile, jeder zu etwa 20 g, in eng tubulirter Retorte im Luftbade der Destillation unterworfen, wobei sehr langsam vorgegangen wurde, um Verkohlung zu vermeiden. Auf die Temperatur der Destillation wurde keine Rücksicht genommen, bis dieselbe 360° erreicht hatte. In erster Linie ging, bevor die Zersetzung eintrat, eine geringe Menge Wasser über, welches schwach saure Reaktion besass: es wurde vernachlässigt. Sobald die Temperatur höher stieg und die Zersetzung begann, erschien ein Destillat, welches aus Oeltropfen gemischt mit Wasser bestand und alkalische Reaktion gab. Der schliesslich in der Retorte bleibende Rückstand bestand aus einer porösen, kohligen Masse von äusserst schwer verbrennlicher Natur. Die Alkalität des Destillats rührte von freiem Ammoniak her, welches während der Operation in beträchtlichen Mengen entwich und noch am Schluss derselben mit seinen Dämpfen die Retorte erfüllte.

Ungefähr 155 g Xylidinacrolein wurden so jedesmal in kleinen Antheilen destillirt und das Destillat gesammelt. Das Wasser wurde daraus mittelst Filtration durch ein nasses Filter entfernt und das Oel einige Stunden hindurch auf 100° erhitzt, bis sein Gewicht constant blieb. Die Ausbeute an dem so erhaltenen Oel aus den angewendeten 155 g Xylidinacrolein betrug 11 g oder wenig mehr als 7 pCt.

Ich stellte erfolglos einige Versuche an, das Oel durch Destillation zu reinigen, vermochte aber keinen constanten Siedepunkt zu erhalten. Eine geringe Menge eines kohligen Rückstandes blieb in dem Destillationsgefäss bei jedem Experiment zurück.

Das rohe Oel hat einen unangenehmen Geruch und sehr bitteren Geschmack. Es bildet krystallinische Salze mit Schwefelsäure, Salzsäure und anderen Säuren. Als die beste Reinigungsmethode ergab sich mir endlich die Zersetzung seines salzsauren Salzes durch Alkali. Die bei dem Erhitzen des Oels mit Salzsäure erhaltene Mutterlauge, welche eine übelriechende dicke Flüssigkeit vorstellte, wurde von den Krystallen abgossen und letztere durch Pressen zwischen Fliesspapier weiter gereinigt, darauf in einer geringen Menge Wasser gelöst und von einer unlöslichen öligen Verunreinigung durch Filtration befreit. Die wässrige Lösung wurde nun zur Krystallisation gebracht und die

ausgeschiedenen Krystalle derselben Operation unterzogen, bis sie völlig rein waren. Schliesslich zersetzte ich die wässrige Lösung des Salzes mit wenig Kalilauge. Das ausgefällte Oel, durch Waschen mit Wasser von Alkali befreit, wurde abfiltrirt und gänzlich bei 100° getrocknet. Das trockne und gereinigte Oel wurde nunmehr bei 270° überdestillirt, bei welchem Siedepunkte es constant überging. Es besass dann röthliche Farbe und unangenehmen Geruch.

Die mit diesem Produkt ausgeführten Analysen führten zu einer Formel, welche dem Cryptidin  $C_{11}H_{11}N$  entsprach.

	Gefunden	Berechnet für $C_{11}H_{11}N$
C	84.45	84.08 pCt.
H	7.38	7.00 »
N	8.99	8.92 »

Das Chlorhydrat krystallisirt in feinen, dünnen, farblosen, tafelförmigen Krystallen, welche bei vorsichtigem Erhitzen sublimirbar sind, während zugleich theilweise Zersetzung eintritt. Die Analyse ergab 18.04 pCt. Chlor, während die Theorie 18.34 pCt. fordert.

— Fügt man zu der wässrigen Lösung des salzsauren Salzes Platinchlorid, so bildet sich sofort ein Niederschlag einer aus feinen, gelben Krystallen bestehenden Verbindung, welche aus dem Doppelsalz des Cryptidins mit Platinchlorid besteht. Es ist in Wasser löslich, wird aber durch einen Ueberschuss von Platinchlorid niedergeschlagen. Durch Waschen mit Alkohol, in welchem es löslich ist, und Krystallisation aus Wasser wird es weiter gereinigt.

Beachtenswerth ist, dass es hier zuerst gelungen ist, Cryptidin synthetisch darzustellen, und dass ebenso das Oel direkt im Zustande der Reinheit erhalten wird.

#### 55. Albert B. Leeds: Ueber den bei der Destillation von Ricinusöl im Vacuum erhaltenen unlöslichen Rückstand.

(Eingegangen am 28. December; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Bei der Darstellung des Oenanthols aus Ricinusöl bleibt im Rückstande eine höchst elastische, zähe Masse, welche zuerst von Stanck untersucht worden ist (Journ. pr. Chem. 63, 138). Obgleich Stanck's Untersuchungen zu keinen Schlüssen führten, hat bis jetzt noch Niemand wieder die Natur dieses Körpers zu erforschen gesucht, und veranlasste mich dies zu nachstehenden Bemerkungen.

Auf den Vorschlag von Krafft (diese Besichte X, 2034) wurde das Oenanthol durch Destillation des Ricinusöls im Vacuum bei einem Drucke von 100 mm bereitet. Bis zum Schluss muss die Operation