

Ber. für $C_{11}H_{13}O_2$ Ag	Gefunden
Ag 37.89	37.8 pCt.

Ich beabsichtige die neue Säure näher zu untersuchen, und will auch versuchen, einige Homologe derselben mittelst verdünnter Salpetersäure darzustellen.

Karlsruhe, März 1883.

118. Werner Kelbe: Ueber Krystallform und Zusammensetzung des *p*-toluolsulfosauren Baryums.

[Aus dem chemischen Laboratorium des Polytechnikums zu Karlsruhe.]

Mit der Darstellung grösserer Mengen *p*-toluolsulfosauren Baryums beschäftigt, machte ich vor Kurzem die Beobachtung, dass aus den concentrirten, heissen Lösungen desselben sich anfangs ein Salz in Form schöner, grosser Blätter abschied, während die übrigbleibende Lösung nach völligem Erkalten zu einem Brei feiner, langer Nadeln gestand. Ich hielt diese Salze für Verbindungen zweier isomerer Sulfosäuren und suchte sie zu trennen, indem ich die Lösung in grossen Wasserbädern nur bis auf 30° abkühlen liess. Die bis dahin entstandenen Krystalle waren nur Blätter. Nun wurde die überstehende Lösung möglichst rasch und vollständig von den Krystallen getrennt und abgekühlt. Hier entstanden nur Nadeln. Als ich nun versuchte, jede einzelne Krystallform für sich durch weiteres Umkrystallisiren zu reinigen, wiederholte sich dieselbe Erscheinung.

Die Lösung der Blätter lieferte wieder zuerst Blätter und bei völligem Erkalten Nadeln, und genau ebenso verhielten sich auch die Nadeln.

Es schien mir nun, als seien beide Verbindungen Baryumsalze einer und derselben Sulfosäure, die nur bei verschiedenen Temperaturen mit verschiedenen Krystallformen und verschiedener Zusammensetzung krystallisiren.

Wie schon erwähnt, entstehen über 30° C. nur Blätter.

5.811 g dieser Blätter verloren, bei 150° C. getrocknet, 0.005 g an Gewicht.

Ber. für $(C_6H_4 \begin{smallmatrix} \diagup CH_3 \\ \diagdown SO_3 \end{smallmatrix})_2Ba + H_2O$	Gefunden
H ₂ O 3.6	0.086 pCt.

Danach sind die Blätter wasserfrei.

Weiter hinterliessen 0.852 g, mit Schwefelsäure abgeraucht, 0.414 g Baryumsulfat.

Ber. für $(C_6H_4 \begin{smallmatrix} \diagup CH_3 \\ \diagdown SO_3 \end{smallmatrix})_2Ba$	Gefunden
Ba 28.60	28.57 pCt.

Wenn man eine bei etwa 30° gesättigte Lösung der Blätter bei gewöhnlicher Temperatur krystallisiren lässt, so entstehen nur Nadeln.

6.877 g der lufttrockenen Nadeln verloren bei 140° C. 0.721 g Wasser.

Ber. für $(C_6H_4 \leftarrow \begin{smallmatrix} CH_3 \\ SO_3 \end{smallmatrix})_2Ba + 3H_2O$	Gefunden
H ₂ O 10.13	10.48 pCt.

1.630 g des getrockneten Salzes = 1.8209 g des wasserhaltigen lieferten, wie oben behandelt, 0.794 g Baryumsulfat.

Ber. für $(C_6H_4 \leftarrow \begin{smallmatrix} CH_3 \\ SO_3 \end{smallmatrix})_2Ba + 3H_2O$	Gefunden
Ba 25.70	25.63 pCt.

Das *p*-toluolsulfosaure Baryum krystallisirt demnach bei Temperaturen oberhalb 30° in wasserfreien Blättern, bei Temperaturen unter 30° in Nadeln mit 3 Mol. Krystallwasser.

Karlsruhe, März 1883.

119. R. Anschütz: Einwirkung von Bromaluminium auf symmetrisches Dibromäthylen und Benzol.

[Mittheilung aus dem chem. Institut der Universität Bonn.]

(Eingegangen am 14. März.)

Demole hat vor einiger Zeit beobachtet, dass unter dem Einfluss von Chloraluminium auf Benzol und bei 87—92° siedendes Dibromäthylen das unsymmetrische Diphenyläthylen entsteht. Berücksichtigt man, dass nach Kekulé und Hugo Schrötter Bromaluminium das Propylbromid in Isopropylbromid umzuwandeln vermag, so konnte die von Demole durchgeführte Reaktion nicht so ohne weiteres als Beweis für die Constitution des Dibromäthylens angezogen werden. Es war entweder direkt zu zeigen, dass eine Umwandlung der Dibromäthylene unter dem Einfluss des Aluminiumbromides nicht eintritt, oder es war zu versuchen aus dem bei 110—111° siedenden Dibromäthylen das Stilben zu erhalten.

Trotzdem ich den Versuch mehrmals wiederholte, gelang es mir nicht unter den Reaktionsprodukten von Bromaluminium auf Acetylen-dibromid und Benzol das Stilben aufzufinden, wohl aber bildet sich dessen Reducionsprodukt, das Dibenzyl, in nicht unbeträchtlicher Menge, was schliesslich ebenso beweisend für die symmetrische Struktur des bei 110—111° siedenden Dibromäthylens ist, als es die Bildung von Stilben gewesen wäre.