

krystallisiren aus absolutem Alkohol rein weiss erhalten werden können.

Das Cyanäthylstrychnin scheint etwas beständiger zu sein, als das Cyanäthylchinin und das Cyanäthylcinchonidin. Es zerfliesst nicht so rasch an der Luft und wird auch durch Kalilauge erst bei höherer Temperatur zersetzt; dabei entsteht offenbar kein äthylirtes Strychnin, sondern es scheiden sich dunkelbraun gefärbte, in Wasser lösliche Massen ab: Produkte, die ganz ähnlich denen sind, welche nach den Untersuchungen von Claus und Glassner<sup>1)</sup> auch beim anhaltenden Kochen von Jodäthylstrychnin mit Kalilauge erhalten werden. Mit Säuren, auch Kohlensäure, setzt es sich in die entsprechenden Salze um.

Das so erhaltene schwefelsaure Salz krystallisirt aus der concentrirten Lösung in glänzenden gelblichen Blättchen aus; das salpetersaure Salz ist in Wasser schwer löslich, und krystallisirt in gut ausgebildeten wasserhellen Nadeln.

Das Cyanäthylstrychnin ist leicht löslich in Wasser, schwer löslich in Alkohol und unlöslich in Aether und Chloroform. Auch hier konnte der leichten Zersetzbarkeit durch Kohlensäure wegen eine Stickstoffbestimmung nicht ausgeführt werden.

Die Krystalle enthalten kein Wasser und schmelzen bei 105° (uncorr.).

Die Verbrennung lieferte folgendes Resultat:

0.2615 g Substanz lieferten 0.701 g Kohlensäure und 0.1791 g Wasser, entsprechend 73.12 pCt. Kohlenstoff und 7.6 pCt. Wasserstoff.

Für die Formel  $C_{21}H_{22}N_2O_2C_2H_5CN$

	Berechnet	Gefunden
C	74.03	73.12 pCt.
H	6.94	7.6 »

Freiburg i. B., den 3. November 1883.

#### 493. Henry E. Armstrong und A. K. Miller: Zur Kenntniss des Metaisopropylmethylbenzens.

(Eingegangen am 12. November; mitgetheilt in d. Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Nach Kelbe<sup>2)</sup> liefert das Metaisocymen wenigstens zwei isomere Monosulfosäuren, wovon die  $\alpha$ -Säure vorherrschend entsteht, die  $\beta$ -Säure wurde sehr unvollständig untersucht und von den Salzen dieser Säure wurde nur das Baryumsalz dargestellt, aber — sagt Hr. Kelbe — von diesem sei er nicht ganz sicher, ob es nicht noch mit dem Ba-

<sup>1)</sup> Diese Berichte XIV, 773.

<sup>2)</sup> Ann. Chem. Pharm. 210, 30.

ryumsalz einer dritten Sulfosäure vermischt sei, denn bei der Darstellung des Sulfamids aus dem Salz wurde immer ein Gemisch von einem festen und einem zähflüssigen Sulfamid erhalten. Das  $\beta$ -Baryumsalz soll sehr leicht löslich in Wasser sein; es krystallisirt aus der sehr concentrirten syrupdicken Lösung in kleinen glänzenden Blättchen von der Zusammensetzung  $(C_{10}H_{13} \cdot SO_3)_2 Ba + H_2O$ .

Uns ist es nicht gelungen, ein mit solchen Eigenschaften begabtes Salz aus reinem Metaisocymen darzustellen; an seiner Stelle aber haben wir regelmässig ein sehr schön krystallisirtes, stark wasserhaltiges Salz erhalten, welches unzweifelhaft einer mit der  $\alpha$ -Säure isomeren Metaisocymensulfosäure entstammt.

Das von uns befolgte Verfahren zur Darstellung des reinen Metaisocymens darf kurz beschrieben werden, da es wohl wegen seiner Einfachheit dem von Kelbe befolgten vorzuziehen ist. Nachdem die Harzessenz einer Behandlung mit verdünnter Schwefelsäure (4 Vol. Säure auf 1 Vol. Wasser) ausgesetzt worden ist, wird der unangegriffene Theil vermittelst Dampfes abdestillirt und wenn nöthig, ein zweites Mal einer eben solchen Behandlung unterworfen; das Auswaschen der Säure hat keinen Sinn. Sodann wird das Produkt mit gewöhnlicher Schwefelsäure geschüttelt. Es findet eine Einwirkung gleich statt, wahrscheinlich wegen der Anwesenheit des Terpilens, und das Gemisch erwärmt sich; um die Bildung der Sulfosäuren zu beschleunigen wird jetzt auf ca.  $60^\circ$  erhitzt und wiederum stark geschüttelt. Wenn sich nichts mehr auflöst, wird das ungelöste von der Säure getrennt und mit frischer Säure ausgezogen. Diese Behandlung mit Säure wird am allerbesten in einer dickwandigen Stöpselflasche vorgenommen; rauchende Säure anzuwenden ist ganz und gar unnöthig.

Man hat jetzt eine Lösung, welche ausser Sulfosäuren von Kohlenwasserstoffen der Benzenreihe auch andere Sulfosäuren (vielleicht Sulfate) — wahrscheinlich des Terpilen — enthält; leitet man Dampf hinein, währenddem man die Lösung mehr oder weniger stark erhitzt, so spalten sich die Benzene quantitativ ab, wogegen die anderen »Sulfosäuren« unter Verkohlung gänzlich zerstört werden.

Das auf diese Weise erhaltene Kohlenwasserstoffgemenge wird jetzt von neuem mit Schwefelsäure behandelt; binnen wenigen Minuten löst sich alles auf und lässt sich die überschüssige Säure auf bekannte Weise durch vorsichtiges Hinzusetzen von Wasser grösstentheils entfernen. Zur Darstellung der Baryumsalze der Sulfosäuren ist es am einfachsten Baryumhydroxyd anzuwenden; sonst verfährt man wie gewöhnlich. Falls keine Filterpresse zur Verfügung steht, wird die heisse Lösung auf breite Kattunfilter geworfen und nachdem der Rückstand stark ausgespresst worden ist, wird er mit ziemlich viel kochendem Wasser angerührt und nochmals auf's Filter gebracht u. s. w.

Es löst sich verhältnissmässig wenig das schwerlösliche  $\alpha$ -metaisocymensulfosaure Salz auf, aber der Rückstand besteht fast ausschliesslich aus diesem Salz nebst Baryumsulfat und -carbonat; er wird jetzt mit Wasser angerührt und mit Natriumcarbonat digerirt; es entsteht das Natriumsalz der Sulfosäure, welches sich sehr leicht rein gewinnen lässt. Jetzt vermischt man das reine Salz mit concentrirter Schwefelsäure und leitet Dampf in die Lösung ein, währenddessen man sie zu gleicher Zeit ziemlich stark erhitzt. Es hat dieses zur Folge, dass sich der reine Kohlenwasserstoff quantitativ abspaltet, ohne dass sich die geringste Verkohlung oder sonstige Zersetzung bemerken lässt<sup>1)</sup>.

Das Metaisocymen löst sich mit der grössten Leichtigkeit in schwach erwärmter gewöhnlicher Schwefelsäure auf; neutralisirt man mit  $\text{BaCO}_3$  u. s. w., so erhält man als Hauptprodukt das schwerlösliche  $\alpha$ -Salz. Aus der Mutterlauge scheidet sich aber ein sehr leicht lösliches Salz ab, welches ein ausgezeichnetes Krystallisationsvermögen hat; es bildet dieses Salz schöne lange, dünne Prismen, deren Wasser und Baryumgehalt der Formel  $(\text{C}_{10}\text{H}_{13} \cdot \text{SO}_3)_2\text{Ba} + 9\text{H}_2\text{O}$  entsprechen. Das Kalksalz ist dem Baryumsalz sehr ähnlich und hat die Formel  $(\text{C}_{10}\text{H}_{13} \cdot \text{SO}_3)_2\text{Ca} + 5\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ . Das Kaliumsalz krystallisirt auch schön in langen gut ausgebildeten Prismen der Formel  $\text{C}_{10}\text{H}_{13} \cdot \text{SO}_3\text{K} + 2\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ .

Wir behalten uns vor, später über andere Eigenschaften und über die Constitution der isomeren Sulfosäuren des Metaisocymens zu berichten.

#### 494. Max Rosenfeld: Vorlesungsversuche.

(Eingegangen am 14. November.)

##### 1. Darstellung von Quecksilberoxyd.

Während Quecksilber beim Erhitzen an der Luft nur äusserst langsam in Oxyd übergeht, vollzieht sich diese Umwandlung des Metalls in Gegenwart von Kalium in der kürzesten Zeit.

Zur Darstellung des Quecksilberoxydes verwendet man 40g Quecksilber, dem man soviel Kalium zusetzt, dass daraus ein festes Amalgam entsteht. Die Oxydation wird in einem langhalsigen Glaskolben ausgeführt, welcher einen runden Boden besitzt und in dessen Oeffnung mit Hülfe eines Pfropfens zwei rechtwinkelig gebogene Röhren befestigt sind, von denen die eine fast bis auf den Boden des Gefässes reicht und die andere mit dem unteren Rande des Pfropfens abschneidet.

<sup>1)</sup> Es lässt sich dieses Verfahren fast allgemein anwenden, worüber ich später berichten werde.