

Die Analyse des über Schwefelsäure getrockneten Oeles zeigte:  
 0.16425 g Oel gaben 0.4578 g Kohlensäure und 0.15812 g Wasser.  
 0.1451 g Oel gaben bei 18° C. und 726.6 mm Quecksilberdruck  
 16.25 cc Stickstoff.

|   | Gefunden | Berechnet  |
|---|----------|------------|
| C | 76.16    | 76.36 pCt. |
| H | 10.69    | 10.90 >    |
| N | 12.61    | 12.72 >    |

dass das Diisobutylketin in der That vorlag.

#### Platinsalz des Diisobutylketins.

Löst man das Diisobutylketin in verdünnter Salzsäure, und fügt einen Ueberschuss von Platinchlorid hinzu, so scheiden sich beim langsamen Verdunsten prachthvolle orangegefärbte Nadeln aus.

Die Platinbestimmung:

0.2025 g Platinsalz gaben 0.0643 g Platin.

|    | Berechnet für                    | Gefunden                            |
|----|----------------------------------|-------------------------------------|
|    | $C_{14}H_{24}N_2, 2HCl + PtCl_4$ | $(C_{14}H_{24}N_2, HCl)_2 + PtCl_4$ |
| Pt | 30.89                            | 22.89                               |
|    |                                  | 30.83 pCt.                          |

ergibt, dass das Diisobutylketin eine zweisäurige Base ist, ganz so wie die drei ersten Glieder der Reihe. Auffallend ist, dass das vierte Glied, das Dipropylketin, eine einsäurige Base ist. Ich beabsichtige das Diisopropylketin und das Dibutylketin darzustellen, um diese Eigenschaft näher zu studiren. Ueber das Diisobutylketin kann ich noch hinzufügen, dass es sich aus essigsaurer Lösung leicht durch Brom als orangefarbener Niederschlag fällen lässt, und dass es sich nicht leicht mit Silbernitrat verbindet.

Laboratorium des Prof. A. Hantzsch, Zürich.

#### 277. R. Müllenhoff: Bildungswärme des Schwefeleisens.

(Eingegangen am 9. Mai; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Die grosse Energie, mit der die Vereinigung von Schwefel und Eisen erfolgt, ermöglicht es, die Grösse der Bildungswärme des Schwefeleisens durch einen Vorlesungsversuch zur Anschauung zu bringen.

Als geeigneter Apparat dazu dienen drei verschieden weite, ineinander steckende Reagenzgläschen. Das äusserste derselben muss um mehrere Centimeter länger als die beiden anderen und durch einen Kork verschliessbar sein.

Man füllt, nachdem die drei Röhrrchen zuerst leer gewogen, das innerste derselben mit einem fein verriebenen Gemisch von Ferrum limatum mit Schwefelpulver und entzündet sodann das Gemisch von oben her durch einen heiss gemachten Eisendraht, der an dem das äussere Glasröhrrchen verschliessenden Korke befestigt ist, und verschliesst dabei das äussere Röhrrchen. Es durchzieht dann die Glüherscheinung allmählich das ganze Gemisch von Schwefel und Eisen und es erfolgt dabei eine so starke Erwärmung des inneren Röhrrchens, dass dasselbe meistens gesprengt wird. Das zweite und noch weit mehr das dritte (äusserste) Röhrrchen werden dagegen nur allmählich erwärmt, und man kann daher das äussere Rohr in Wasser eintauchen und durch die eintretende Erwärmung des Wassers die Grösse der gebildeten Verbindungswärme messen.

In 6 Versuchen wurden jedes Mal 8.8 g des fein verriebenen Gemisches von Schwefel und Eisen in einem Glasapparate (drei Reagenzgläschen) von 24 g Gewicht vereinigt. Das Becherglas, in dem das Wasser sich befand, wog 150 g (der benetzte Theil), die angewandte Wassermenge betrug bei allen Versuchen 965 g.

Die Temperatur des Wassers wurde

|   |            |   |    |                |
|---|------------|---|----|----------------|
|   | im Versuch | 1 | um | 2.6° C.        |
| » | »          | 2 | »  | 2.4° »         |
| » | »          | 3 | »  | 2.6° »         |
| » | »          | 4 | »  | 2.5° »         |
| » | »          | 5 | »  | 2.4° »         |
| » | »          | 6 | »  | 2.5° » erhöht. |

Im Mittel 2.5° C.

Es wurden demgemäss für die Erwärmung:

|                       |                          |                     |
|-----------------------|--------------------------|---------------------|
| für das Wasser . . .  | 965 t                    | Calorien verwendet, |
| für das Schwefeleisen | $\frac{8.8, 12.3}{88}$ t | » = 1 t             |
| für das Glas . . .    | 176.0, 197 t             | » = 34 t            |

Im Ganzen also . . . 1000 t Calorien, d. h. die für 88 g Schwefeleisen gebildete Verbindungswärme (Fe, S) beträgt:

|              |   |       |           |
|--------------|---|-------|-----------|
| nach Versuch | 1 | 26000 | Calorien. |
| »            | » | 2     | 24000 »   |
| »            | » | 3     | 26000 »   |
| »            | » | 4     | 25000 »   |
| »            | » | 5     | 24000 »   |
| »            | » | 6     | 25000 »   |

(Fe, S) Im Mittel 25000 Calorien.

Aus der erhaltenen Bildungswärme berechnet sich die Höhe der bei der Vereinigung von (Fe, S) entstehenden Temperatur in einfachster Weise

$$\text{Bildungstemperatur} = \frac{\text{Bildungswärme.}}{\text{Molekularwärme.}}$$

Die Bildungstemperatur beträgt:

$$\frac{25000}{12.3} = 2032^{\circ} \text{C.}$$

## 278. Ad. Claus und H. Kautz: Ueber Chlorderivate des Orthoxylois.

[Mitgetheilt von Ad. Claus.]

(Eingegangen am 12. Mai.)

Am Benzolkern gechlorte Derivate des Orthoxylois sind bis jetzt noch nicht bekannt. Wir haben uns mit der Darstellung derselben und der Untersuchung zunächst ihrer Oxydationsproducte etwas eingehender beschäftigt.

Leitet man in reines Orthoxylois (vom Siedepunkt 141—143° C.), welchem 10 pCt. Jod zugesetzt sind, unter gutem Abkühlen einen Strom von trockenem Chlorgas, so erstarrt die ganze Masse nach einiger Zeit zu einem krystallinischen Brei, welcher eine ganze Reihe der verschiedensten Substitutionsproducte enthält, und zwar werden stets, auch wenn man noch so vorsichtig jede Erwärmung bei dem Chlorirungsprocess vermieden hat, nicht unbeträchtliche Mengen von in den Methylgruppen chlorirte Derivate gebildet. Um aus diesem Gemisch reine Verbindungen isoliren zu können, ist es nöthig, zuerst die letztere Art von Derivaten, die sich beim Destilliren für sich sowohl, wie beim Destilliren mit Wasserdampf ununterbrochen zersetzen, zu entfernen. Und das gelingt leicht durch Destillation des rohen Chlorirungsproductes über festem Aetzkali, wobei allerdings ein ziemlicher Verlust an Material nicht zu vermeiden ist, — oder besser, weil hier der Verlust bedeutend geringer ist, durch längeres Kochen des Gemenges mit alkoholischer Kalilösung. — In der soweit gereinigten Substanz befinden sich nun — neben event. grösseren oder geringeren Mengen von unangegriffen gebliebenem Kohlenwasserstoff — wesentlich 4 Verbindungen, nämlich: 1 Mono-, 1 Di-, 1 Tri- und 1 Tetrachlorderivat, und es mag hier gleich als auf-