

439. Robert Zürer: Notiz über die Campholensäure.

(Eingegangen am 10. August.)

Die Herren Kachler und Spitzer haben die Identität der von H. Goldschmidt und mir beschriebenen Campholensäure, $C_{10}H_{16}O_2$ ¹⁾, mit dem von ihnen aus β -Bibromcampher dargestellten Oxycampher in der Weise nachgewiesen, dass sie letztere Verbindung in das Ammonsalz überführten und dieses durch Erhitzen im Rohr in Isocamphoroxim verwandelten²⁾. Um die Identität von Campholensäure und Oxycampher ganz sicher zu erweisen, habe ich, veranlasst von Hrn. Prof. Goldschmidt, die aus Camphoroxim gewonnene Campholensäure durch Behandlung mit Salpetersäure in den von Swarts³⁾ und von Kachler und Spitzer⁴⁾ beschriebenen Nitrooxycampher, $C_{10}H_{15}NO_4$, übergeführt. Ich verfuhr hierbei genau nach den Angaben von Kachler und Spitzer und erhielt so einen aus Alkohol in glänzenden Nadeln krystallisierenden Körper, dessen Zusammensetzung der Analyse zufolge die des Nitrooxycamphers war.

0.2656 g Substanz gaben 16.2 ccm feuchten Stickstoffs bei 19° und 719 mm Druck.

	Gefunden	Berechnet
N	6.62	6.57 pCt.

Den Schmelzpunkt der Verbindung fand ich etwas niedriger als angegeben, nämlich bei 163—164°. Trotz mehrfachen Umkrystallisirens änderte sich derselbe nicht.

Um über die Identität des von mir erhaltenen Nitrokörpers mit dem aus Oxycampher dargestellten sicher zu sein, stellte ich mir Oxycampher nach der Vorschrift von Kachler und Spitzer⁵⁾ aus β -Bibromcampher dar und behandelte denselben mit Salpetersäure. Das Reactionsproduct glich dem aus Campholensäure erhaltenen auf das Vollständigste, auch der Schmelzpunkt war genau derselbe, nämlich 163—164°. Durch diese Versuche ist für die Identität von Campholensäure und Oxycampher ein neuer Beweis erbracht.

Um über die Constitution der Campholensäure Aufschluss zu erhalten, habe ich das Calciumsalz derselben sowohl für sich, als auch mit ameisensaurem Kalk gemengt der trockenen Destillation unterworfen. Die Hoffnung aber, auf diesem Wege zu einem von der Campholensäure derivirenden Keton, resp. Aldehyd zu gelangen, ging

¹⁾ Diese Berichte XVII, 2069.

²⁾ Diese Berichte XVII, 2400.

³⁾ Diese Berichte XV, 2135.

⁴⁾ Diese Berichte XV, 2336.

⁵⁾ Monatshefte 3, 216.

nicht in Erfüllung, vielmehr resultirte bei diesen Versuchen stets ein Gemenge von Kohlenwasserstoffen.

Was das campholensaure Calcium selbst anbelangt, so habe ich dieses Salz durch Zusammenbringen äquivalenter Mengen von in Wasser suspendirtem Aetzkalk und Campholensäure erhalten. Der entstandene Niederschlag wurde aus stark verdünntem Weingeist umkrystallisirt. So wurden lange, glänzende, weisse Nadeln gewonnen, denen der Analyse zufolge die Zusammensetzung $\text{Ca}(\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{O}_2)_2$ zukommt.

0.1545 g Substanz gaben 0.0561 g CaSO_4 .

	Gefunden	Berechnet
Ca	10.69	10.69 pCt.

Das Salz war in Wasser schwer löslich und zersetzte sich beim Kochen mit demselben.

Zürich, chem.-analyt. Laboratorium des Polytechnicums.

440. Walfried Engel: Ueber ein neues Cumidin.

[Aus dem Berl. Univ.-Laborat. I No. DC.]

(Eingegangen am 10. August.)

Auf Veranlassung des Hrn. Prof. A. W. Hofmann beabsichtigte ich, einige nicht bekannte Mesidinderivate darzustellen; zu dem Zweck stand mir Rohcumidin zur Verfügung, welches aus der Fabrik der Gesellschaft für Anilinfabrikation in Rummelsburg herstammte. Dieses Material war durch Einwirkung von salzsaurem Xylidin und Methylalkohol, welche 24 Stunden bei 20 Atmosphären auf 250° erhitzt wurden, bereitet und bildete eine dunkle, ölige Flüssigkeit. Nach Angabe von Eisenberg¹⁾ wurde es mit Salzsäure behandelt, die feste Krystallmasse abgepresst, die salzsauren Salze mit Natronlauge übersättigt und Wasserdampf eingeleitet. Das übergegangene fast farblose Oel war leichter als Wasser und wurde nach dem Trocknen mehrmals fractionirt. Die Fraction von ca. 225 bis 227°, welche nach Eisenberg das Mesidin sein sollte, wurde durch ca. 12 stündiges Kochen mit Eisessig in die Acetverbindung übergeführt, die erkaltete feste Krystallmasse durch Pressen von dem noch nicht angegriffenen Oele befreit und aus Alkohol mehrfach umkrystallisirt; dabei erhielt ich