

aldehyd das Benzamid) oder, wenn gleichzeitig Wasserabspaltung erfolgt, in Uebereinstimmung mit der Beobachtung von Gabriel (s. o.) Nitrile, aus denen aber durch Wasseranlagerung die Amide leicht zurückgewonnen werden könnten.

Durch umfassende Versuche soll ermittelt werden, welcher Verallgemeinerung diese Reactionen fähig sind.

Die aus den Isonitrosoverbindungen resultirenden Chloride möchte ich mir, soweit sie nach der Methode von Wallach nicht erhältlich sind, auch bezüglich des Studiums ihrer anderweitigen Reactionen für einige Zeit reserviren.

Für die Darstellung dieser Chloride ist Phosphorpentachlorid nicht unbedingt nothwendig; zur Umwandlung des Diphenylacetoxims genügt schon die blosse Anwendung von Phosphoroxychlorid, vielleicht auch von Phosphortrichlorid.

Leipzig, Chem. Laborat. des Hrn. Prof. J. Wislicenus.

211. Ernst Beckmann: Darstellung von Knallquecksilber sowie salzsaurem Hydroxylamin und sichere Aufbewahrung des letzteren.

(Eingegangen am 19. April.)

Die Beobachtung von Carstanjen und Ehrenberg¹⁾, dass aus Knallquecksilber durch Behandlung mit Salzsäure Hydroxylaminsalz entsteht, hat bis jetzt wohl nur deshalb keine praktische Verwendung gefunden, weil das Operiren mit grösseren Quantitäten Knallquecksilber etwas gescheut wird.

Aus diesem Grunde glaube ich im allgemeinen Interesse zu handeln, wenn ich eine aus der bekannten Liebig'schen Vorschrift²⁾ im hiesigen Laboratorium herausgebildete Methode zur Darstellung beliebiger Mengen Knallquecksilbers veröffentliche, welche sich in den verschiedensten Händen stets als sicher und gefahrlos bewährt hat.

Je 50 g Quecksilber werden bei gewöhnlicher Temperatur in je 600 g Salpetersäure von 1.4 spec. Gewicht gelöst.

Die grün gefärbte Lösung giebt man in einen 5 L fassenden Rundkolben, welcher weit im Halse ist und raschen Temperaturwechsel

¹⁾ Journ. f. prakt. Chem. [2] 25, 233.

²⁾ Ann. Chem. Pharm. 95, 284.

verträgt, bringt die Flüssigkeit auf eine Temperatur von 25—30° und trägt nun aus einer Kochflasche 550 g Alkohol von 98.5 pCt. ein, der ebenfalls auf 25—30° gebracht ist.

Zunächst wird etwa die Hälfte des Alkohols auf einmal zugefügt. Sofort entsteht ein, übrigens ganz ungefährliches, Prasseln in Folge der Bildung grosser Dampfblasen. Sobald kleine, prickelnde Gasblasen aufsteigen und die Flüssigkeit aus hellgelb in rothbraun überzugehen beginnt, muss sofort weiterer Alkohol nachgegossen werden.

Zaudert man mit dem Nachgiessen von Alkohol über den angegebenen Punkt hinaus, so wird die Reaction leicht derart heftig, dass ein Herausschleudern des Kolbeninhaltes stattfindet, ohne dass übrigens eine eigentliche Explosion zu befürchten ist.

Durch den Zusatz von Alkohol beruhigt sich die Reaction, aber oft nur für wenige Augenblicke; alsbald muss neuer Alkohol zugegeben werden und so fort, bis er vollkommen eingetragen ist.

Die Energie, mit welcher die Reaction verläuft, hängt sehr wesentlich von der Anfangstemperatur der Salpetersäure und des Alkohols ab, in geringerem Maasse auch von der Lufttemperatur.

Je nach den obwaltenden Umständen wird die zweite Hälfte des Alkohols rascher oder langsamer, in 1—4 Portionen einzutragen sein. Würde man den Alkohol vorschnell zugiessen, so wäre eine Hemmung der Oxydation und Abscheidung von metallischem Quecksilber die Folge.

Bei der angegebenen Grösse des Kolbens kommt es nur höchst selten vor, dass ein Ueberschäumen droht; eventuell kann demselben durch Aufgiessen von kaltem Wasser leicht vorgebeugt werden.

Die in reichlichem Maasse sich entwickelnden undurchsichtigen weissen Dämpfe leitet man zweckmässig durch ein weites Rohr ab. Keinesfalls dürfen dieselben mit einer Flamme in Berührung kommen; weil dadurch heftige, rückwirkende Explosionen veranlasst werden können.

Sobald die weissen Dämpfe anfangen zu verschwinden und rothbraunen, mehr durchsichtigen Platz machen, unterbricht man die Reaction durch Eingiessen von 1 L und mehr bereit gehaltenen Wassers.

Nachdem das abgeschiedene grauweisse Knallquecksilber in ein Becherglas gespült ist, wird der Kolben sofort wieder neu beschickt.

Bei einiger Uebung kann man mit zwei Kolben in einem halben Tage bequem 1 kg Knallquecksilber darstellen.

Nach dem Auswaschen mit Wasser lässt sich das noch feuchte Präparat ohne jede Gefahr und Schwierigkeit durch Behandlung mit Salzsäure nach den Angaben von Carstanjen und Ehrenberg (l. c.) in salzsaures Hydroxylamin überführen.

Das erhaltene Produkt ist in absolutem Alkohol vollkommen löslich, enthält also keine erheblichen Mengen Salmiak¹⁾.

250 g Quecksilber liefern im Durchschnitt 100 g Hydroxylaminsalz.

Dehnt man die Kostenberechnung nicht auf Schwefelwasserstoff, Leuchtgas, Arbeit und Gefässe aus, sieht andererseits aber auch von einer Wiedergewinnung des Quecksilbers und eines Theiles Alkohol²⁾ ab, so stellt sich der Preis pro 100 g auf 7.5 Mark gegen 30.0 Mark im Handel.

Bewahrt man ein aus Alkohol umkrystallisirtes, ganz weisses Präparat in Flaschen mit gewöhnlichem Verschluss auf, so zeigen sich binnen einigen Wochen zunächst gelbe Stellen, allmählich wird die ganze Masse gelb, haucht beim Oeffnen des Gefässes Salzsäure aus und enthält nun reichlich Salmiak³⁾.

Solcher Zersetzung wird durch wiederholtes Umkrystallisiren nicht vorgebeugt; sie lässt sich aber vollkommen vermeiden, wenn man die Gefässe mit Hydroxylaminsalz unter Glasglocken offen neben Aetzkalk aufbewahrt.

Selbst unreine Präparate neigen unter diesen Umständen nicht zur Zersetzung.

In den bereits theilweise veränderten Objecten wird die Zersetzung in kurzer Zeit sistirt.

Leipzig, Chem. Laborator. des Hrn. Professor J. Wislicenus.

212. W. La Coste und Fredrik Valeur: Ueber Chinolindisulfonsäuren und Derivate derselben.

(Aus dem technischen Laboratorium der technischen Hochschule zu Aachen.)

(Eingegangen am 19. April.)

Auf Veranlassung meines leider schon dahingeschiedenen Freundes La Coste unternahm ich eine nähere Untersuchung über die von demselben dargestellten Chinolindisulfonsäuren und deren Derivate⁴⁾.

Ich theile vorläufig einige Resultate mit und behalte mir die ausführliche Mittheilung für später vor.

¹⁾ Vergl. diese Berichte XVIII, Ref. 148. (Divers und Kawakita, Chem. Soc. 1885, I, 69—77.)

²⁾ Diese Berichte XVII, Ref. 227.

³⁾ Vergl. V. Meyer, diese Berichte XV, 2789.

⁴⁾ D. R.-P. No. 29920 vom 20. April 1884.