

412. Werner Kelbe: Ueber das Vorkommen des gewöhnlichen Cymols und eines aromatischen Kohlenwasserstoffs C_9H_{12} im Harzgeist.

[Aus dem chem. Laboratorium der technischen Hochschule zu Karlsruhe.]
(Eingegangen am 12. Juli; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Bei der Gewinnung des *m*-Isocymols aus Harzgeist mit Hilfe des schwer löslichen Baryumsalzes der α -*m*-Isocymolsulfosäure erhält man eine Mutterlauge, aus der erst nach längerem Stehen ein Gemisch leicht löslicher Salze auskrystallisirt. Nach öfter wiederholtem Umkrystallisiren erhielt ich aus diesem Gemisch ein Salz, welches ganz das Aussehen des *p*-Cymolsulfosauren Baryums zeigte. Es bestand aus grossen Blättchen; die beim Zerdrücken mit dem Glasstabe schwach knirschten. 0.923 g verloren beim Trocknen 0.0804 g Wasser und lieferten 0.3458 g $BaSO_4$.

Ber. für $(C_{10}H_{13}SO_3)_2Ba + 2H_2O$	Gefunden
Ba 22.22	22.03 pCt.
H ₂ O 8.75	8.66 »

Das aus diesem Baryumsalze in üblicher Weise dargestellte Sulfamid krystallisirte aus Wasser in grossen, glänzenden Blättern, die bei 115.5° C. schmolzen. Während die Zusammensetzung des Baryumsalzes genau mit der des *p*-cymolsulfosauren Baryums übereinstimmt, ist der Schmelzpunkt des Sulfamids von dem des *p*-Cymolsulfamids verschieden, denn der Letztere liegt nach Jacobsen¹⁾ bei 111—112° C. Deshalb stellte ich etwas Cymolsulfamid aus *p*-Cymol dar, und bestimmte dessen Schmelzpunkt mit dem gleichen Thermometer [von Dr. H. Geissler, Nachfolger Frz. Müller in Bonn]²⁾ und in einer Operation mit dem des meinigen.

Es schmolz mit dem meinigen gleichzeitig, nämlich ebenfalls bei 115.5°. Ich glaube deshalb, dass beide Sulfamide identisch sind und halte damit das Vorkommen des *p*-Cymols im Harzgeist für nachgewiesen. Der Schmelzpunkt des *p*-Cymolsulfamids hat mir aber in anderer Richtung noch zu denken gegeben. In »Diesen Berichten XVI, 2559« habe ich zwei Butyltoluole beschrieben, welche ich in Gemeinschaft von Hrn. Albert Baur untersucht hatte. Ein Theil des dort beschriebenen *p*-Butyltoluolsulfamids war noch in meinen Händen. Dasselbe sah dem *p*-Cymolsulfamid auffallend ähnlich, so dass ich den Schmelzpunkt auch dieses Sulfamids nachträglich noch einmal bestimmte, und zwar mit dem oben erwähnten Thermometer. Und da stellte sich nun heraus, dass es ebenfalls genau bei 115.5° schmolz. Das sieht fast so aus, als hätten Hr. Baur und ich damals *p*-Cymol-

¹⁾ Diese Berichte XI, 2049.

²⁾ Derselbe zeigte im Wasserdampf bei 755 mm Barometerdruck 100.5° C.

sulfamid für *p*-Butyltoluolsulfamid gehalten. Dem gegenüber stehen aber die Stickstoffbestimmungen, welche damals Hr. Baur gemacht hat. Er fand 6.088 und 6.17 pCt. Stickstoff. Nachdem ich die Uebereinstimmung der Schmelzpunkte zwischen dem Cymolsulfamid und dem Butyltoluolsulfamid gefunden hatte, habe ich eine dritte Stickstoffbestimmung von dem letzteren gemacht und fand übereinstimmend mit Baur 6.06 pCt. Stickstoff. Für das Butyltoluolsulfamid berechnet sich 6.17 pCt., dagegen für Cymolsulfamid 6.57 pCt. Stickstoff. Diese Analysen sprechen für unsere damalige Auffassung, ausserdem sieht das Baryumsalz, aus dem das Butyltoluolsulfamid dargestellt wurde dem *p*-cymolsulfosauren Baryum durchaus nicht ähnlich, trotzdem habe ich die Untersuchung der als Butyltoluolderivate beschriebenen Substanzen wieder aufgenommen, um zu erfahren, ob die Angaben, die ich an der oben bezeichneten Stelle in Gemeinschaft mit Hrn. Baur gemacht habe, richtig sind oder nicht.

Aus dem unter 160° siedendem Theil der aromatischen Kohlenwasserstoffe des Harzgeistes erhielt ich durch Ueberführen in eine Sulfosäure ein Baryumsalz, das die Zusammensetzung $(C_9H_{11}SO_3)_2Ba + H_2O$ zeigte. Ein solches Salz soll 24.79 pCt. Baryum und 3.25 pCt. Wasser enthalten. Gefunden wurden 24.9 und 24.55 pCt. Baryum, Wasser allerdings nur 2.5 pCt. Das aus diesem Baryumsalz erhaltene Sulfamid krystallisirte aus Wasser in Blättchen, die bei 130° schmolzen. Wegen Mangel an Material konnte ich auf eine ausführliche Untersuchung dieser Verbindungen noch nicht eingehen.

Karlsruhe, im Juli 1886.

413. C. F. Roth: Ein neuer Apparat zur Bestimmung von Schmelzpunkten.

[Mittheilung aus dem neuen chemischen Institut zu Kiel.]

(Eingegangen am 12. Juli; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Die Angaben über den Schmelzpunkt eines Körpers beziehen sich in den chemischen Abhandlungen im Allgemeinen auf den uncorrectirten Schmelzpunkt desselben. In den meisten Fällen wird die Correctur vernachlässigt, trotzdem die Angaben durch die Correctur sowohl für die Literatur, als auch für den praktischen Chemiker erhöhten Werth erhalten. Würde die Correctur durchgehends eingeführt, so würden die jetzt so häufigen Differenzen zwischen den angegebenen und den gefundenen Zahlen vielfach fortfallen. Für denjenigen, welcher den Schmelzpunkt eines neuen Körpers bestimmt, mag das glatte Schmelzen desselben vielleicht Hauptzweck der Operation sein. Einem