

30. Christian Göttig: Ueber eine Verbindung des Chlorcalciums mit normalem Propylalkohol, welche sich auf dem Wasser bewegt.

(Eingegangen am 30. Januar.)

Aus einer Auflösung von wasserfreiem Chlorcalcium in normalem Propylalkohol krystallisirt eine Verbindung von der constanten Zusammensetzung $\text{CaCl}_2 + 3\text{C}_3\text{H}_7\text{O}$, welche sich, wie die früher¹⁾ beschriebenen Verbindungen der Alkalien mit Alkoholen, auf der Wasseroberfläche bis zur Auflösung lebhaft bewegt, ohne dass nach bisherigen Ermittlungen ein gasförmiger Körper frei wird.

Die Verbindung wurde gelegentlich einer Entwässerung des normalen Propylalkohols zuerst beobachtet. Als ich den käuflichen etwas wasserhaltigen Propylalkohol nach öfterem Schütteln und längerem Stehenlassen mit Chlorcalcium destillirte, schieden sich, nachdem die Destillation unterbrochen war, in dem erkalteten Gefäss 2 Stoffe von gänzlich verschiedenem Aussehen ab. Der eine, welcher unten lagerte, war fast undurchsichtig und erwies sich als wasser- und alkoholhaltiges Chlorcalcium von variabler Zusammensetzung, die darüber befindliche durchsichtige Schicht nadelförmiger Krystalle als eine wasserfreie Verbindung des Chlorcalciums mit normalem Propylalkohol. — Dieselbe wurde zwischen Fließpapier getrocknet und untersucht. Die Bestimmung des Alkohols wurde durch vorsichtiges Erhitzen und nachheriges Glühen, die des Calciums durch Ueberführung in Calciumsulfat ausgeführt.

Die Analyse ergab Resultate, welche der oben angegebenen Formel entsprechen:

	Ber. für $\text{CaCl}_2 + 3\text{C}_3\text{H}_7\text{O}$	Gefunden
Ca	13.74	13.68 pCt.
$\text{C}_3\text{H}_7\text{O}$	61.85	62.12 »

Um zu ermitteln, ob die durch obige Analyse festgestellte Zusammensetzung eine variable, nur zufällige oder eine constante sei, wurde das betreffende Salz sorgsam getrocknet und aus gereinigtem Propylalkohol, dessen Siedepunkt mittelst eines von der physikalischen Reichsanstalt begutachteten Normalthermometers controllirt war, umkrystallisirt. Dies wurde durch Erhitzen in einem Kolben ausgeführt, der mit Liebig'schem Kühler und zur Aufnahme des Alkohols mit einer hermetisch verschliessenden Vorlage in Verbindung stand, mit welcher eine Röhre communicirte, die zur Abhaltung von Feuchtigkeit mit einem Trockenapparat verbunden war. Das auf solche Weise wiedergewonnene Salz ergab bei der Untersuchung fast dieselben Resultate wie oben.

¹⁾ Diese Berichte XX, 543, 1094, 1908; XXI, 561, 1832.

Berechnet		Gefunden	
Ca	13.74	13.52	13.22 pCt.
C ₃ H ₈ O	61.85	62.19	— »

Die nach hier beschriebenen Methoden dargestellte und untersuchte Verbindung besteht aus kurzen nadelförmigen durchscheinenden Krystallen, deren Dichtigkeit die des Wassers wenig übertrifft.

In kleinen losen Stückchen auf Wasser geworfen, bewegt sich die Substanz auf dessen Oberfläche unter Auflösung und Abgabe des Propylalkohols, welcher letztere bei der Destillation der wässerigen Lösung sich mit dem Wasser verflüchtigt. In compacten Stücken sinkt das Salz im Wasser und löst sich langsamer. An der Luft nimmt die Substanz Wasser auf:

0.8939 g wogen nach 2¹/₂ Stunden 0.9316 g

0.8939 g wogen nach 5 Stunden 0.9552 g

0.8939 g wogen nach 6³/₄ Stunden 0.9610 g

Das Gewicht hatte also in 6³/₄ Stunden um ca. 7.6 pCt. zugenommen. — Nach 24 Stunden war die Substanz in dem aufgenommenen Wasser fast ganz zerflossen.

Im Exsiccator über Schwefelsäure wird der Alkohol allmählich bis zu 50 pCt. des Substanzgewichtes abgegeben, wobei eine undurchsichtige Masse von höherem specifischen Gewicht zurückbleibt, welche sich nicht mehr auf der Wasseroberfläche bewegt.

31. Paul Seidel: Triphendioxazin als Oxydationsproduct des Orthoamidophenols.

(Eingegangen am 31. Januar.)

Im Jahre 1879 wurde im hiesigen Laboratorium von G. Fischer die Beobachtung gemacht, dass aus salzsaurem Orthoamidophenol in wässriger Lösung durch Oxydation mit rothem Blutlaugensalz neben einem braunen, amorphen, in vorwiegender Menge sich bildenden Farbstoffe ein in granatrothen Krystallen sublimirender Körper entsteht ¹⁾. Dem letzteren wurde damals auf Grund mehrerer Analysen die Formel C₂₄H₁₆N₃O₂ zugeschrieben ²⁾.

¹⁾ Journ. für prakt. Chem. (2), 19, 317.

²⁾ Im Aufsatz von G. Fischer ist durch einen Druckfehler die Formel C₂₄H₁₀N₃O₂ statt der obigen aus den mitgetheilten Analysen hervorgehenden angegeben.