

versucht haben. Die Vereinigung der beiden Körper geht mit ziemlicher Leichtigkeit vor sich, und aus der erkalteten, festen Reactionsmasse, die von der wässrigen Lauge durch Filtration gesondert wird, erhält man durch Umkrystallisiren aus siedendem Alkohol gelbe, glänzende Blättchen, die bei 229—231° schmelzen. Dieselben stellen das β -Cinnamylindol dar, welches vollkommen der analogen aus dem α -Acetylpyrrol gewonnenen Verbindung entspricht. Die Analyse bestätigte die erwartete Zusammensetzung der neuen Verbindung:

	Gefunden	Ber. für $C_{17}H_{13}NO$
C	82.63	82.59 pCt.
H	5.63	6.26 »

Wir haben auch versucht, das β -Acetylindol durch Oxydation mit Kaliumpermanganat in eine der Pyrrylglyoxylsäure entsprechende Ketonsäure überzuführen, doch sind unsere Versuche bis jetzt erfolglos geblieben.

Bologna, den 20. April 1890. Laborat. des Prof. G. Ciamician.

198. L. Spiegel: Zur Salpetersäurebestimmung nach Schulze-Tiemann.

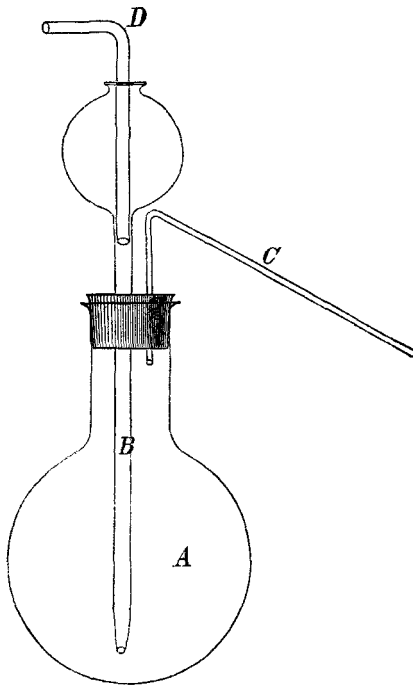
(Eingegangen am 28. April.)

In einer vor mehreren Jahren veröffentlichten Abhandlung über die Bestimmung der Salpetersäure im Trinkwasser¹⁾ habe ich bei Besprechung des Schulze-Tiemann'schen Verfahrens ziffermässig nachgewiesen, dass genaue Resultate mit demselben nur dann zu erzielen sind, wenn gegen Ende des Processes das im Zersetzungskolben befindliche Gas durch einen Kohlensäurestrom verdrängt wird. Die dort angeführten Versuche ergaben, dass ein Fehler von mindestens 3 pCt. der wirklich vorhandenen Salpetersäure die Folge ist, wenn nach Tiemann's Vorschrift gearbeitet wird, und dass der Fehler sich noch vergrößert, wenn eine andere, im entgegengesetzten Sinne wirkende Fehlerquelle, nämlich der Luftgehalt der anzuwendenden Agentien, vermieden wird. Hr. Tiemann hat sich in der neuen Auflage seiner »Wasseruntersuchung« über die in dieser Beziehung mehrfach gemachten Vorschläge hinweggesetzt mit der durch Versuchszahlen leider nicht belegten Behauptung, er habe ebenso gute Resultate durch nochmalige

¹⁾ Zeitschr. für Hygiene 1887, 163.

Herstellung eines partiellen Vacuums im Zersetzungsgefäß erhalten. Er führt gegen die Verwendung der Kohlensäure in erster Linie an, dass dieselbe nicht hinreichend luftfrei zu erhalten sei. Dieser Einwand ist indessen nicht stichhaltig. Ich habe bei Verwendung von kleinen Marmorstücken, die vor der Einfüllung in den Kipp'schen Apparat einige Zeit in warmem Wasser lagen, einen Strom erhalten, der in 30 Minuten ziemlich starken Ganges nur eine kaum merkbare Spur unabsorbirten Gases im mit Kalilauge gefüllten Messrohr hinterliess, für den vorliegenden Zweck also genügende Reinheit besitzt.

Begründeter ist der Einwand, dass die Anwendung von Kohlensäure die Einschaltung eines neuen Zuleitungsrohres erfordere und die



Construction des Zersetzungs-kolbens dadurch complicirt werde. Aber dieses Hinderniss ist natürlich leicht zu beseitigen, und ich glaube durch den hier beschriebenen Apparat das von Tiemann empfohlene Verfahren an Einfachheit nicht nur zu erreichen, sondern auch insofern zu übertreffen, als bei seiner Anwendung die Herstellung eines luftverdünnten Raumes entbehrlich wird.

A ist ein Rundkolben von dem üblichen Inhalt (150 ccm), in welchen mittelst gut eingepassten doppelt durchbohrten Gummistopfens das Zuleitungsrohr B und das mit dem gewöhnlichen Entbindungsstück zu verbindende Abzugsrohr C eingesetzt sind. B endigt etwa 2 cm über dem

Boden von A und läuft nach oben in eine kugelförmige Erweiterung von etwa 50 ccm Inhalt aus. An der Ansatzstelle der letzteren ist das Gasleitungsrohr D eingeschliffen, welches mit dem Kohlensäureapparat in Verbindung gesetzt wird.

Nachdem der Kolben mit der zu untersuchenden Lösung beschickt ist, wird durch D Kohlensäure eingeleitet und gleichzeitig zum mässigen Sieden erhitzt, bis das durch C entweichende Gas sich luftfrei erweist, was durch einen Versuch mittelst mit Kalilauge gefüllten Reagensglases constatirt werden kann. Es wird nun das Messrohr über das

Entbindungsstück gestülpt; dann werden in die Erweiterung von *B* 20 ccm frisch bereiteter und ausgekochter Eisenchlorürlösung gebracht und durch Lüften von *D* einfließen gelassen; auf dieselbe Weise werden 40 ccm concentrirter ausgekochter Salzsäure nachgeschickt. Sobald die Flüssigkeit im Kolben wieder ins Siedende gelangt ist, wird der Kohlensäurestrom abgestellt und erst gegen Ende der Operation, wenn der Kolbeninhalt fest zu werden beginnt, wieder angelassen.

Bei Anwendung dieses Apparates, wie überhaupt des Kohlensäurestromes, darf man natürlich nicht mehr unausgekochte Agentien in das Entwicklungsgefäß hineinbringen, wie es jetzt zum Ausgleich anderer Fehler willkommen zu sein scheint¹⁾. Man wird sich aber leicht überzeugen, dass bei Beobachtung dieser Cautelen das in der jetzigen Gestalt gewiss einfache Verfahren zuverlässigere Resultate ergibt als irgend ein anderes. Ich hoffe, dass auch Hr. Prof. Tiemann dazu gelangen wird, bei der nächsten Auflage des mit Recht beliebten Buches die kleine Verbesserung seines Verfahrens als solche anzuerkennen.

Breslau, im April 1890.

199. H. Sachse: Ueber die geometrischen Isomerien der Hexamethylenderivate.

(Eingegangen am 12. April; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

Bekanntlich hat A. v. Baeyer gefunden, dass die Hexahydromellithsäure²⁾ und ebenso die Hexahydroterephthalsäure³⁾ in zwei Modificationen auftreten, und eine Hypothese aufgestellt, nach welcher jene beiden Modificationen als geometrisch isomer zu betrachten sind. Dabei wird die von ihm beobachtete Umwandlung der »maleinoiden« Form in die »fumaroiden« in folgender Weise gedeutet:

»Die Beständigkeit der Gruppierung der vier mit einem Kohlenstoffatome verbundenen Atome, welche die Existenz von geometrisch isomeren Verbindungen möglich macht, hört bekanntlich in der Wärme auf. Dasselbe findet nun bei jedem chemischen Eingriff statt, welcher am asymmetrischen Kohlenstoffatom selbst vor sich geht. . . . Das Erhitzen mit Salzsäure hat einen ähnlichen Erfolg.«

¹⁾ Tiemann-Gaertner, Untersuchung des Wassers, pag. 189.

²⁾ Ann. Chem. Pharm. Suppl. VII, 1.

³⁾ Ann. Chem. Pharm. CCXLVII, 103.