

117. Christian Göttig: Ueber ein neues Hydrat des Aetz-natrons.

(Eingegangen am 26. Februar; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. F. Tiemann.)

Bei vorsichtigem und gelindem Erhitzen einer concentrirten Lösung von Natronhydrat in hochprozentigem Alkohol beobachtet man eine langsame Ausscheidung von äusserst feinen Krystallen, deren Menge sich bei Fortsetzung der Erwärmung wesentlich vermehrt. Diese Krystalle, welche nach der Abkühlung der alkoholischen Lösung zumeist allmählich wieder verschwinden, sind sehr unbeständig und lassen sich nur schwierig von der Lösung trennen.

Wenn man aber diese alkoholische Natronlösung, in der sich die feinen Krystalle gebildet haben, vorsichtig weiter erhitzt, so verschwinden dieselben zunächst wieder, doch scheiden sich nach längerer Erwärmung der Lösung bei einer Temperatur von reichlich 100° C unter theilweiser Verdunstung des Alkohols in sehr reichlicher Menge Aggregate von dichteren Krystallen aus, welche die der Formel $\text{NaHO} + 2 \text{H}_2\text{O}$ entsprechende, bis jetzt noch nicht bekannte Zusammensetzung und ein weiter unten zu beschreibendes interessantes Verhalten bei der Berührung mit Wasser zeigen.

Zu diesen Versuchen wurden Natronlaugen aus 96.8 pCt. Alkohol vom spec. Gewicht 0.935 in Glascylindern langsam im Luftbade erwärmt. Während des Erhitzens begann gewöhnlich schon bei 25 bis 30° C. die Ausscheidung sehr feiner, glänzender Krystalle, die aber während des mehrfach versuchten Abfiltrirens sich wieder zum grossen Theil verflüssigten; in seltenen Fällen zeigte sich statt der Krystalle eine flockige Trübung der Lösung. Bei weiterer Erwärmung bis auf gegen 80° C. wurde die Flüssigkeit wieder auf einige Zeit ziemlich klar, doch schieden sich bald auf's Neue bei gleichzeitiger theilweiser Verdunstung des Lösungsmittels compactere Krystalle aus, deren Menge allmählich bedeutend zunahm. Diese Krystalle, welche sich nach kurzer Zeit zu Boden senkten, wurden durch sehr poröse Filtrvorrichtungen isolirt und zwischen Fliesspapier gründlich getrocknet.

Bei den in grösserer Zahl und nach verschiedenen Methoden ausgeführten Natrium- und Wasserbestimmungen des vollständig trocknen Hydrats ergaben sich, auch wenn die Krystalle längere Zeit mit der Mutterlösung in Berührung gewesen waren, stets übereinstimmende Resultate:

| Berechnet nach der Formel $\text{NaHO} + 2 \text{H}_2\text{O}$ | Gefunden im Durchschnitt |
|---|-----------------------------|
| Na 30.2 | 29.9 pCt. |
| H_2O 47.4 | 47.3 » |

Das so gewonnene Natronhydrat ist nicht sehr hygroskopisch, zieht aber aus der Luft ziemlich schnell Kohlensäure an, so dass

solche sogar meistens in der frisch bereiteten Verbindung nachgewiesen und in vielen Fällen quantitativ bestimmt werden konnte. Der Gehalt an Kohlensäure variierte bei frisch bereiteten Krystallen zwischen 0.3 und 1.28 pCt.; eine Portion, die 20 Stunden im offnen Gläschen stand, ergab einen Gehalt von 3.52 pCt.

Das Krystallwasser des Hydrats wird im Exsiccator über Chlorcalcium oder Schwefelsäure allmählich theilweise abgegeben. Nach längerem Erhitzen auf etwa 120° C. wurde ungefähr die Hälfte des Wassers freigelassen, während die auf 220° erhitzte Substanz nur noch sehr wenig Krystallwasser festhielt, welches durch directe Einwirkung der Flamme vertrieben wurde.

Wirft man die Substanz in kleinen Mengen auf Wasser, so bewegt sie sich ähnlich dem Natrium sehr lebhaft auf dessen Oberfläche und wird dabei schnell aufgelöst.

Berlin, den 24. Februar 1887.

118. V. Merz und P. Müller: Monotolyl- und Dytolylamine aus den drei isomeren Kresolen.
(Eingegangen am 28. Februar; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. F. Tiemann.)

Wir haben vor Kurzem mitgetheilt, dass beim Erhitzen des Benzolphenols mit Chlorzink-Ammoniak und Salmiak oder mit den entsprechenden Bromverbindungen Monophenyl- und Diphenylamin in grosser Menge entstehen¹⁾.

Nach Art des Benzolphenols reagiren mit obigen Substanzen unter gleichen Umständen auch die isomeren Kresole.

Das Verhalten des Parakresols zu Chlorzink-Ammoniak allein ist übrigens schon von C. Buch²⁾ studirt worden. Buch hat wohl primäres, aber nicht mit Sicherheit sekundäres Tolylamin darstellen können.

Unsere ersten, mit Bromzink-Ammoniak und Bromammonium ausgeführten Versuche ergaben ohne Weiteres beträchtliche Mengen sowohl des Mono- als des Di-*p*-tolylamins. Wir arbeiteten daher zunächst ausschliesslich mit den eben genannten Bromverbindungen. Spätere Versuche bewiesen jedoch die vollständige Brauchbarkeit der Mischung von Chlorzink-Ammoniak und Salmiak.

¹⁾ Diese Berichte XIX, 2901.

²⁾ Diese Berichte XVII, 2637.