

343. Frank H. Thorp: Nachtrag zu der Abhandlung: „Ueber das Verhalten der *o*-Benzoylbenzoesäure gegen Hydroxylamin“¹⁾.

(Eingegangen am 7. Juli; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. H. Jahn.)

In Heft 10 der Berichte dieses Jahrgangs habe ich eine Mittheilung über das Verhalten der *o*-Benzoylbenzoesäure gegen Hydroxylamin veröffentlicht. Ich beschrieb das merkwürdige Verhalten der Säure gegen salzsaures Hydroxylamin, wobei statt des Oxims die Producte einer Beckmann'schen Umlagerung erhalten wurden. Das Oxim selbst bereitete ich aus der Säure mittels alkalischer Hydroxylaminlösung. Der so erhaltene Körper ergab einen Stickstoffgehalt, welcher mit dem für das Oxim berechneten übereinstimmte.

Kurz darauf aber wurde ich durch eine Mittheilung der HHrn. Hantzsch und A. Miolati²⁾, welche Hr. Hantzsch so liebenswürdig war, mir zu senden, darauf aufmerksam gemacht, dass sie bei Oximierung der *o*-Benzoylbenzoesäure statt des Benzoylbenzoesäureoxims dessen Anhydrid erhalten hatten, welches bei 162° schmolz, und dessen Stickstoffgehalt mit dem Resultat obiger Analyse genügend übereinstimmte. Da der Stickstoffgehalt für beide Formeln annähernd der gleiche ist, führte ich nun noch eine Kohlenwasserstoffbestimmung des von mir erhaltenen Körpers aus.

Analyse: Ber. für das Oxim.

Procente: C 69.71, H 4.56, N 5.81.

Gef. » » 75.15, » 3.99, » 6.10.

Ber. für das Oximanhydrid.

Procente: C 75.33, H 4.04, N 6.27.

Daraus ergibt sich, dass ich in der That — wie nach der Mittheilung der HHrn. Hantzsch und A. Miolati nicht zu bezweifeln war — ein Anhydrid des Oxims erhalten hatte. Ich habe den Körper auch noch einmal in der Kälte dargestellt und hierbei das gleiche Resultat erhalten:

Analyse: Gef. C 75.06, H 4.10.

Weiter habe ich einige Salze des Oxims dargestellt, welche leicht zu erhalten sind, da das Anhydrid beim Auflösen in Alkalien rasch aufgespalten wird.

Das Silber-Ammoniumsalz, $C_6H_5 \cdot C(NOAg) \cdot COONH_4$, wurde durch Auflösen des Anhydrids in Ammoniak, Abtreiben des überschüssigen Ammoniaks auf dem Wasserbade und Fällern mit Silbernitratlösung dargestellt.

Der weisse Niederschlag wurde beim Stehen krystallinisch. Er färbt sich, dem Lichte ausgesetzt, dunkel; er wurde daher schnell abfiltrirt, mit Wasser gewaschen und im Exsiccator getrocknet.

¹⁾ Diese Berichte 26, 1260.

²⁾ Zeitschr. für physik. Chemie 11, 747.

Analyse: Ber. für $C_{14}H_{13}O_3N_2Ag$.

Procente: Ag 29.59, N 7.67.

Gef. » » 29.62, » 7.73.

Das Ammoniak in dem Salze wurde quantitativ nachgewiesen.

Das Baryumsalz wurde durch Kochen des Anhydrids mit Barytwasser unter Abschluss der Kohlensäure der Atmosphäre dargestellt.

Das Barytsalz schied sich als krystallinischer Niederschlag ab. Derselbe wurde mit heissem Wasser ausgewaschen und getrocknet.

Analyse: Ber. für $C_{14}H_9O_3NBa$.

Procente: Ba 36.43, N 3.72.

Gef. » » 36.21, » 3.35.

Das Salz ist in Alkohol und Aether unlöslich und zersetzt sich mit conc. Salzsäure schon in der Kälte unter Ausscheidung eines weissen Niederschlages, welcher sich als das ursprüngliche Anhydrid erwies.

Das Kaliumsalz wurde durch Auflösen des Anhydrids in concentrirter Kalilauge und Kochen erhalten. Die Lösung wurde noch heiss in einen Exsiccator gebracht und dieser evacuirt. Beim Abkühlen schieden sich aus der Lösung warzenförmige Krystalle ab. Die Mutterlauge wurde abgegossen, die Krystalle mit Alkohol ausgekocht, mit letzterem gewaschen und im Exsiccator getrocknet.

Die Krystalle bilden dünne durchsichtige Blättchen, welche sich sehr leicht in Wasser lösen und nach dem Trocknen bei 120^0 begierig wieder Feuchtigkeit aus der Luft anziehen.

Wie die Analyse zeigt, enthalten dieselben 3 Moleküle Krystallwasser.

Analyse: Ber. für $C_{14}H_9O_3NK_3 + 3H_2O$.

Procente: K 21.02, N 3.77, H_2O 14.55.

Gef. » » 20.92, » 3.89, » 12.6.

Heidelberg. Universitäts-Laboratorium.

344. Georg Staats: Ueber den Einfluss der Reibungs- elektricität auf die Amalgambildung.

(Eingegangen am 8. Juli; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. H. Jahn.)

Um den Einfluss der Elektricität von hoher Spannung auf den Amalgamationsprocess zu bestimmen, wurde eine kleine Leydener Flasche von folgender Construction verwendet. Ein Medicinglas mit breiter Oeffnung, dessen äussere Fläche zu circa ein Viertel der Höhe mit Staniol belegt war, wurde bis zur Höhe der äusseren Belegung mit Quecksilber gefüllt und mit einem Kork geschlossen, durch