

Das Amid vom Schmp. 98° soll ebenfalls der Hydrierung unterworfen, das hydrierte Amid zur zugehörigen Säure verseift werden.

Verseifung des Hydro-camphen-carbonsäureamids zur freien Säure: Hydro-camphen-carbonsäure, $C_{10}H_{17}.COOH$.

Behandelt man das hydrierte Amid vom Schmp. 189° mit Natriumnitrit in salzsaurer Lösung, so entsteht die zugehörige freie Säure. Auch 15-stündiges Kochen des Amides mit rauchender Salzsäure führt zum Ziel. Die entstandene Säure läßt sich aus stark verdünntem Alkohol umkrystallisieren und zeigt dann den Schmp. 126°. Nach dreimaligem Umkrystallisieren schied sie sich aus alkoholischer Lösung beim Verdünnen mit Wasser in Form sechseckiger Blättchen ab. Die Säure hat, wie nicht anders zu erwarten, durchaus gesättigten Charakter und entfärbt Permanganatlösung nicht. Von der Hydro-pinencarbonsäure ist sie sicher verschieden. Es liegt also wohl eine Hydrocamphen-carbonsäure oder Isocamphan-carbonsäure vor.

Die hier gewonnene Säure sollte sich aus einer der beiden bei der Chlorwasserstoff-Abspaltung aus Chlor-hydropinen-carbonsäure entstehenden Camphencarbonsäuren durch Hydrierung erhalten lassen. Versuche nach dieser Richtung sind im Gange und deuten darauf hin, daß die Camphencarbonsäure vom Schmp. 105° zu der gesättigten Säure vom Schmp. 126° gehört.

327. Alexander Killen Macbeth: Über die Einwirkung von Natriumäthylat auf Tetranitro-methan. (Eine Warnung.)

(Eingegangen am 19. Juni 1913.)

Bei der Ausführung der in der Überschrift angedeuteten Reaktion ereignete sich eine von höchst ernsten Folgen begleitete Explosion, so daß die Veröffentlichung der folgenden Warnung angezeigt erscheint, zumal diese vielleicht andren Experimentatoren auf dem gleichen Arbeitsgebiet nützlich sein könnte.

Der Sachverhalt war folgender: Ungefähr 50 g Tetranitro-methan, die nach dem Verfahren von Chattaway aus Acetanhydrid und Salpetersäure dargestellt waren, wurden mit kleinen Mengen festen Natriumäthylats (von Kahlbaum), das in Alkohol suspendiert war, behandelt. Hierbei trat keine Einwirkung ein, wohl aus dem Grunde, weil das Natriumäthylat schon ziemlich alt und deshalb wahrscheinlich bereits verdorben war. Ein Teil des Tetranitro-methans wurde aus dem Gemisch zurückgewonnen und mit soviel frischem Nitrokörper vermischt, daß die Gesamtmenge ungefähr 30 g betrug.

Gleichzeitig wurde Natriumäthylat durch Lösen von Natrium in Alkohol neu hergestellt: nachdem die Lösung mit weiteren Mengen Alkohol verdünnt worden war, gelangte sie zur Einwirkung auf das Tetranitro-methan, wobei im Wasserbade gekühlt wurde. Ein ziemlich bedeutender Bruchteil der Äthylat-lösung war bereits zugegeben, und die Reaktion nahm augenscheinlich einen ganz normalen Verlauf. Bei jedem einzelnen Zusatz von Äthylat wurde ein schwaches Zischen vernommen, wie man es gewöhnlich bei Reaktionen dieser Art zu hören pflegt, und die Natriumverbindung des Trinitro-methans schied sich aus dem reagierenden Gemisch aus. Nachdem das Ganze noch eine Zeitlang in kaltem Wasser gestanden hatte, wurden ungefähr 0.5 g Natriumäthylat auf einmal hinzugefügt; im selben Augenblick explodierte der Kolbeninhalt mit äußerster Heftigkeit, so daß ich Verletzungen recht ernster Natur davontrug.

Eine Vorstellung, wie heftig die Explosion gewesen war, kann man sich aus folgenden Angaben bilden, die mir später gemacht worden sind: Sämtliche Fenster des Laboratoriums, das ungefähr 15 qm groß ist, wurden zertrümmert, und der Knall der Explosion war im Umkreis von mehr als 500 m hörbar. Der Arbeitstisch wurde vollständig zerstört, und durch die mehr als 3 cm dicke Eichenplanke, die als Platte diente, war ein großes Loch geschlagen. Ein Stück von ungefähr $2\frac{1}{2}$ m Länge und etwa 8 cm Breite war seitlich von der Tischplatte abgeschlagen worden. Ein Teil des aus Eisen bestehenden Wasserbades war nicht mehr aufzufinden, und das Übrige war so stark verbogen, daß es kaum wiederzuerkennen war. Der Dreifuß, auf dem das Gefäß gestanden hatte, war ebenfalls verbogen und ganz außer Form gebracht. Ein umherfliegender Splitter traf mich an einer Tasche, die einige Geldstücke enthielt; die Geschwindigkeit dieses Projektils war so groß, daß drei dicht bei einander liegende Pennystücke verbogen wurden, als wenn sie Kartenblätter gewesen wären. Ein anderer Splitter traf mich an der Uhrtasche und zerstörte die darin steckende Uhr. Ein dritter Splitter drang wie ein Geschoß durch die Tür, wobei er ein ungefähr 20 cm langes und 10 cm breites Loch riß. Der Bunsen-Brenner, der auf dem Tisch gestanden hatte, war ebenfalls zerschmettert worden; die von ihm herrührenden Trümmer fand man auf den Rasenflächen neben dem Laboratorium in einer Entfernung von 20 - 30 m.

Während der Ausführung des so verhängnisvoll verlaufenen Versuchs waren alle durch die Vorsicht gebotenen Maßnahmen getroffen worden, und es bleibt demnach nur die Annahme übrig, daß die in Rede stehende Umsetzung zu denen gehört, die gern aus unerklärlichen Gründen vom normalen Verlauf abweichen. Bei ihrer Wiederholung wird man in Zukunft deshalb die allergrößte Vorsicht üben müssen und vor allem nur sehr geringe Mengen Substanz auf einmal in Arbeit nehmen dürfen.