

Ihr Kupfersalz krystallisierte aus Wasser in genau den gleichen, überaus charakteristischen, fadenartigen, glänzenden Nadeln, wie dieses von uns für das synthetische Präparat beschrieben wurde. Auch besaß es ein Molekül Krystallwasser.

Scopolinsäure-chlorhydrat:

0.0801 g Sbst. (konstant bei 130° im Trockenschrank): 0.1258 g CO₂, 0.0458 g H₂O.

C₈H₁₄NO₄Cl (223.58). Ber. C 42.94, H 6.81.
Gef. » 42.83, » 6.40.

Scopolinsäure:

0.04890 g Sbst. (konstant bei 90° im Trockenschrank) verloren bei 130° 0.00430 g; 0.04880 g Sbst. verloren ebenso 0.00435 g konstant nach 6 Stunden.

Ber. H₂O 8.78. Gef. H₂O 8.79, 8.91.

Schmelzpunkt der H₂O-freien Substanz 230° unter Zersetzung.

4.488 mg Sbst.: 8.481 mg CO₂, 2.653 mg H₂O
4.140 mg Sbst.: 7.887 mg CO₂, 2.535 mg H₂O } Mikroanalyse nach Pregl
4.823 mg Sbst.: 0.316 ccm N (19°, 735 mm) }
C₈H₁₄NO₄ (187.114). Ber. C 51.31, H 7.00, N 7.49.
Gef. » 51.54, 51.95, » 6.61, 6.85, » 7.23.

Scopolinsaures Kupfer:

0.1520 g Sbst. (konstant bei 100° im Trockenschrank): 0.0452 g CuO.

C₈H₁₁NO₄Cu + H₂O (266.68). Ber. Cu 23.85. Gef. Cu 23.77.

247. K. Hess: Nachtrag.

[Aus dem Chem. Institut der Naturw.-math. Fakultät der Universität Freiburg i. Br.]

(Eingegangen am 15. November 1915.)

In unserer Mitteilung¹⁾ über die Einwirkung von Aldehyden auf Hydramine der Pyrrolidin- und Piperidin-Reihe hatten wir über eine Reaktion berichtet, nach der einige tertiäre Aminoketone in Formaldehyd und sekundäre Hydraminbase zerfallen. Wir hatten in den einleitenden Worten gesagt, daß der Formaldehyd dabei als Phenylhydrazon isoliert wurde. Leider haben wir im experimentellen Teil versäumt, diese Aufarbeitung und bezügliche Analyse wiederzugeben. Wir holen dies nach. Nachdem 1-(α -N-Methyl-piperidyl)-äthan-2-al einige Zeit mit Alkalilauge erwärmt worden war, wurde essigsauer

¹⁾ B. 48, 1886 [1915].

gemacht und mit der berechneten Menge Phenylhydrazin versetzt. Nach einiger Zeit schieden sich Blättchen ab (Einstellen in Eis), die nach dem Umkristallisieren aus Alkohol unter kurz vorherigem Sintern bei 156.5° schmolzen.

0.1000 g Sbst.: 0.2555 g CO_2 , 0.0602 g H_2O .

$\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_2$ (120.08). Ber. C 69.96, H 6.72.

Gef. • 69.68, • 6.74.

Walker¹⁾ gibt für Methylen-phenylhydrazin (α -Derivat), das er sich aus Formaldehyd und Phenylhydrazin in essigsaurer Lösung bereitet hatte und nach dem Umlösen aus Benzol in perlmuttenglänzenden Blättchen erhielt, den Schmp. $146-155^{\circ}$ an. Einen solch unscharfen Schmelzpunkt haben wir nicht beobachtet. Vergl. H. und A. Euler, B. 39, 50 [1906].

248. Otto Ruff: Antimonpentachlorid und Jod.

(Bearbeitet mit den HHrn. J. Zedner und Leopold Hecht.)

[Aus dem Anorganischen und Elektrochemischen Laboratorium der Technischen Hochschule zu Danzig.]

(Eingegangen am 18. November 1915.)

Gelegentlich einer Untersuchung der Verbindungen des Antimonpentfluorids mit Antimonpentachlorid²⁾ haben wir darauf hingewiesen, daß die negative Affinität von Antimonpentafluorid und Antimonpentachlorid ähnlich verschieden ist, wie diejenige von Fluor und Brom oder von Chlor und Jod, und daß die Größe dieser Affinität beim Antimonpentaluorid etwa zwischen derjenigen des Fluors und Chlors, beim Antimonpentachlorid nahe derjenigen des Broms liege. Wir hatten daselbst auch angegeben, daß das Antimonpentachlorid im Gegensatz zum Fluorid zwar nicht mehr mit Brom, wohl aber mit Jod reagiere und mit dem letzteren zunächst eine wenig beständige Verbindung bilde; aus dieser Verbindung gehen dann unter Rückbildung von Antimonpentachlorid ein Antimonpentachlorid-Jodchlorid etwa der Zusammensetzung $\text{Sb Cl}_5 \cdot 3 \text{J Cl}$, und ein unbeständiges Antimonchlorojodid bzw. Antimontrichlorid und Chlorjod hervor. Einen ausführlicheren Bericht über diese Reaktionen hatten wir in Aussicht gestellt.

Das Studium der Reaktion zwischen Antimonpentachlorid und Jod ist von uns inzwischen mehrfach wieder in Angriff genommen

¹⁾ Soc. 69, 1282.

²⁾ B. 42, 4021 [1909].