

Ersetzt man in der in der vorhergehenden Abhandlung beschriebenen Weise das Jod durch Chlor und dampft mit Salzsäure ein, so resultirt Trimethyl-*p*-amidophenylumchlorid-chlorhydrat,  $\text{Cl}(\text{CH}_3)_3 \cdot \text{N} \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{NH}_2, \text{HCl}$ , das, aus seiner methylalkoholischen Lösung mit Aether gefällt, glänzende, fächerförmig gruppirte Krystalle vom Schmp.  $219^\circ$  bildet. Seine Löslichkeit nimmt von Wasser über Methylalkohol zu Aethylalkohol ab, — in Aether und Benzol ist der Körper unlöslich.

Analyse: Ber. für  $\text{C}_9\text{H}_{16}\text{N}_2\text{Cl}_2$ .

Procente: C 48.43, H 7.17, N 12.55, Cl 31.84.

Gef. » » 48.68, » 7.24, » 12.66, » 31.41.

Der Körper hat zur Darstellung wasserlöslicher Azofarben Verwendung gefunden<sup>1)</sup>.

#### 501. M. Dennstedt: Nachträgliche Bemerkung zur vereinfachten Elementaranalyse.

[Aus dem chemischen Staats-Laboratorium Hamburg.]

(Eingegangen am 26. November.)

Ueber die von mir in diesen Berichten<sup>2)</sup> veröffentlichte Methode der gleichzeitigen Bestimmung der Halogene und des Schwefels neben Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Substanzen sind mir mehrfach Anfragen zugegangen, wodurch es wohl bedingt sei, dass die Halogenbestimmungen häufig um mehr, als ein Procent zu hoch ausfallen, und ob und wie diesem Uebelstande vielleicht abgeholfen werden könne.

Da auch in dem im Juni d. J. gelegentlich der Hauptversammlung der Deutschen Chemiker gehaltenen und in der Zeitschrift für angewandte Chemie<sup>3)</sup> veröffentlichten ausführlichen Vortrage dieser Punkt nicht genügend berücksichtigt worden ist, so möchte ich die Frage hier kurz erörtern, um die Fachgenossen nicht etwa nach einem einzigen Versuche von der so einfachen und handlichen Methode abzuschrecken.

Die Bestimmung der Halogene fällt thatsächlich bei stickstoffhaltigen Substanzen stets zu hoch aus, und zwar beruht der Fehler darauf, dass schwach erhitztes Silber das bei der Verbrennung im Sauerstoffstrom mit Platinmohr gebildete Stickstoffdioxyd als salpetersaures oder salpétrigsaures Silber theilweise zurückhält. Während der Verbrennung dürfen die Silberschiffchen nicht bis zur Zersetzung

<sup>1)</sup> D. R.-P. 87584.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 30, 1590.

<sup>3)</sup> Diese Berichte 30, 462.

dieser Salze erhitzt werden, weil das Halogensilber schmilzt und die Silberschiffchen beim Erkalten am Glasrohr anbacken.

Man vermeidet den Fehler jedoch in sehr einfacher Weise dadurch, dass man die Silberschiffchen, ehe man sie nach der Verbrennung in die Wäggläschen zurückbringt, vorsichtig mit der Pincette fasst und in der Bunsenflamme bis zum Schmelzen des Halogensilbers erhitzt; man beobachtet dabei stets die charakteristische gelblichgrüne Färbung der Bunsenflamme, wie sie durch die Oxyde des Stickstoffs hervorgerufen wird.

Auch bei der Verbrennung nicht stickstoffhaltiger Substanzen, namentlich wenn Brom vorhanden ist, zeigen die Silberschiffchen manchmal eine grauschwarze Färbung und die Halogenbestimmung fällt dann auch meist um einige Zehntel zu hoch aus; auch hier kann durch kurzes Erhitzen in der Bunsenflamme der Fehler vermieden werden.

Ich erhitze daher in allen Fällen die Silberschiffchen noch einmal in der geschilderten Weise nach der Verbrennung und kontrollire nach der ersten Wägung, ob durch wiederholtes Erhitzen noch Gewichtabnahme eintritt; die Halogenbestimmung entfallen dann immer genügend genau aus.

## 502. W. Scharvin: Ueber die Oxime des Hexahydrobenzophenons und Hexahydropropiophenons.

(Eingegangen am 1. December.)

Die nachfolgenden Versuche stellen eine Ergänzung und Fortsetzung der Untersuchung<sup>1)</sup> vor, bei deren Ausführung ich das Glück gehabt habe, ein Mitarbeiter von Victor Meyer zu sein; ein Glück, welches mir so plötzlich und unerwartet nur zu theurer Erinnerung geworden ist.

### Configuration der Hexahydrobenzophenonoxime.

Die beiden, in der erwähnten Abhandlung beschriebenen Oxime, welche nach ihrem Schmelzpunkt<sup>2)</sup>, ihrer Löslichkeit und Krystallform sehr verschieden sind, unterscheiden sich nicht weniger in Bezug auf die Beckmann'sche Umlagerung.

Das hochschmelzende  $\alpha$ -Oxim, in absolutem Aether gelöst, reagirt mit Phosphorpentachlorid sehr langsam und giebt dabei ein Chlorid,

<sup>1)</sup> Victor Meyer und W. Scharvin, diese Berichte **30**, 1940.

<sup>2)</sup> Für das  $\alpha$ -Oxim ist in jener Abhandlung in Folge eines Druckfehlers der Schmp. zu 158° statt 155° angegeben.