

Ich habe somit aus einer reinen und einheitlichen Benzoldisulfosäure nur Isophtalsäure erhalten, aus drei anderen Säuren, von denen zwei (Chlor und Brombenzolsulfosäure) auf Grund anderer Uebergänge der Parareihe zuzuzählen sind, nur Terephtalsäure erhalten. Dies spricht dafür, dass die Cyankaliumdestillation normal verlaufe. Ehe ich jedoch die Einwirkung des Cyankaliums auf Garrick's Isobrombenzolsulfosäure, die nach Wölz Terephtalsäure liefert und deren Hauptbestandtheil, wie ich gefunden, mit Limpricht's a-Säure (Fp des Amids 153°) identisch ist, eingehend untersucht habe, wage ich nicht, mich bestimmt darüber auszusprechen.

Schliesslich will ich bemerken, dass brombenzoldisulfosaures Natrium, mit Blutlaugensalz destillirt, nicht unerhebliche Mengen eines Cyanürs liefert, aus dem sich vielleicht eine Tricarbonsäure (1, 2, 4) wird erhalten lassen.

Zürich, Prof. E. Kopp's Laboratorium.

### 332. O. Gürcke: Reindarstellung des Bromacetanilids.

(Eingegangen am 18. August.)

Das bei der Bromirung von Acetanilid entstehende Gemenge von Mono- und Dibromacetanilid (und Tribromanilin, nach Remmers, diese Berichte VII, S. 346) konnte bisher nicht direct getrennt werden. Die Reinigung geschah immer nach Entfernung der Acetgruppe durch die bekannte Methode mit Salzsäure, die in neuester Zeit von Mills (Annal. Bd. 176) verbessert wurde. Bei Gelegenheit einer als Diplomprüfungsarbeit an der Gewerbeakademie in grösserem Maassstabe durchgeführten Untersuchung der rohen Bromacetanilide (aus Acetanilid) auf Isomere, welche übrigens das bemerkenswerthe Resultat ergab, dass neben dem bekannten ein isomeres Monobromacetanilid in dieser Reaction nicht entsteht, gelang es mir, ein leichtes Verfahren ausfindig zu machen, um aus dem Bromirungsprodukt grössere Mengen reinen Monobromacetanilids direct zu erhalten. Das durch langsames Eingiessen des Bromwassers auf in viel Wasser vertheiltes Acetanilid gewonnene Rohproduct stellte abgepresst und getrocknet ein ganz weisses Pulver dar. Es wurde in heissem Alkohol gelöst, welcher nach dem Erkalten in ziemlicher Menge grosse Krystalle abschied, während durch allmähliges Verdunsten der alkoholischen Mutterlauge noch mehrere Fractionen erhalten wurden. Durch nochmaliges Umkrystallisiren der einzelnen aus heissem Alkohol bekam ich die ersten Fractionen in reinen grossen Krystallen, deren Eigenschaften ganz mit den von Körner (Gazz. chim. 1874, Octoberheft) für Monobromacetanilid angegebenen stimmen, während die letzten

Fractionen (9 pCt. der ganzen erhaltenen Menge) sich durch anderes Aussehen, gelbliche Färbung, niedrigeren und ungenauen Schmelzpunkt (143—156°) als ein Gemenge erwiesen. Die weitere Trennung der Letzteren durch fractionirte Krystallisation gelang nicht. Aus den Krystallen der ersten Fractionen wurden nach Entfernung der Acetgruppe durch Kalilauge die Aniline mittelst Salzsäure geschieden. Hierbei fanden sich neben dem octaëdrischen Bromanilin nur noch sehr geringe Mengen von Dibromanilin und kein Tribromanilin. — Das Monobromacetanilid zeigte den Schmelzpunkt 165° (Körner giebt 165.4° an) und charakterisirte sich dadurch, sowie durch die Analyse und seine äusseren Eigenschaften als rein. Das aus ihm dargestellte octaëdrische Bromanilin erwies sich bei der Untersuchung und Analyse als vollständig rein.

Ueber die Krystallform des Monobromacetanilids soll später berichtet werden. Es geht hieraus hervor, dass, wenn auch nicht die genaue Trennung des rohen Bromirungsproductes in Mono- und Dibromacetanilid, so doch die Reindarstellung des ersteren durch einfaches Umkrystallisiren aus Alkohol leicht zu bewerkstelligen ist. Das leichter lösliche Dibromacetanilid (vom Schmelzpunkt 146°) bleibt dabei in der Mutterlauge.

Organ. Laborat. d. Gewerbeakademie.

### 333. Ferd. Tiemann und Wilh. Haarmann: Ueber eine Methode zur quantitativen Bestimmung des Vanillins in der Vanille.

(Aus dem Berl. Univ.-Laborat. CCLV; vorgetragen in der Sitzung von Hrn. Tiemann.)

Nachdem der eine von uns begonnen hatte, das Vanillin für die Zwecke der Industrie auf dem von uns aufgefundenen Wege im grösseren Maassstabe darzustellen, kam es zunächst darauf an, einen sicheren Anhaltspunkt für die Werthbestimmung des neuen Fabrikates zu finden.

Die natürliche Vanille verdankt ihre Anwendung den darin vorhandenen aromatischen Principien, die würzende Kraft derselben ist von der relativen Menge der letzteren abhängig.

Da man nun aus der Identität des Geruchs und Geschmacks mit Recht folgern durfte, dass das Vanillin das alleinige, oder doch allein in Frage kommende, aromatische Princip der Vanille sei, dass mithin in der Vanille nur das Vanillin bezahlt werde, so war die gedachte Aufgabe gelöst, sobald es gelang, das Vanillin quantitativ in der Vanille zu bestimmen.