

154 angiebt. Es wurden so leicht grössere Mengen von Säure rein erhalten.

Die hier mitgetheilten Versuche beabsichtige ich fortzusetzen.

Bonn, Sommersemester 1876.

473. Arthur Michael und Thomas H. Norton: Ueber die Darstellung und Eigenschaften des Trijodresorcins.

(Aus dem Berl. Univ.-Labor. CCCV.)

Seit den ersten Versuchen Stenhouse's¹⁾ über die Einwirkung des einfachen Chlorjods auf organische Verbindungen, ist wenig mit diesem für die Darstellung der Jodverbindungen so gut geeigneten Reagens gearbeitet worden.

In der Hoffnung den Körper $C_6HJ_3(HO)_2$ zu erhalten, untersuchten wir die Einwirkung des Chlorjods auf eine wässrige Lösung von Resorcin. Das Chlorjod wurde nach der bekannten Methode dargestellt, durch Einleiten von Chlor in eine Jod enthaltende Flasche bis die Masse flüssig geworden war, und nachherige Destillation. Die Lösung des Chlorjods in Wasser, obgleich den Vortheil bietend, das kein freies Jod anwesend ist, schien nicht so gute Resultate zu geben wie die braune, dicke, durch Destillation gewonnene Flüssigkeit.

Das Resorcin wird in viel Wasser aufgelöst, und in der Kälte das Chlorjod tropfenweise hineingegossen. Wie bei der Darstellung des Trijodresorcins findet zuerst eine röthliche Färbung der Lösung statt, die wahrscheinlich durch die Bildung eines Zwischenprodukts veranlasst wird. Zunächst fällt das $C_6HJ_3(HO)_2$ hinunter, als ein flockiger Niederschlag, der nach Umschütteln und Umrühren sich auf dem Boden als ein schweres rosenrothes Pulver sammelt. Endlich wird ein Punkt erreicht, wo ein weiterer Zusatz des Chlorjods nur seine Ausscheidung von Jod hervorbringt. Der Niederschlag wird abfiltrirt, mit Wasser gut ausgewaschen und alsdann in Schwefelkohlenstoff aufgelöst. Bei der nachherigen Filtration bleibt ein brauner Körper zurück, der in Alkohol leicht löslich, aber nicht daraus zu krystallisiren ist, und dessen Schmelzpunkt über 350^0 liegt. Aus der Schwefelkohlenstofflösung krystallisirt das Trijodresorcin beim Eindampfen in langen rosenrothen Nadeln aus, die durch Wiederholung der Operation oder durch mehrmaliges Umkrystallisiren aus Alkohol und Kochen mit einer Jodkalium-Lösung oder Thierkohle ganz frei von Jod zu erhalten sind.

Zwei Analysen der so bereiteten und über Schwefelsäure getrockneten Krystalle ergaben die Formel $C_6HJ_3(HO)_2$.

Die Krystalle schmelzen bei 145^0 (uncorr.), und bei 190^0 treten

¹⁾ Ann. Chem. Pharm. CXXXIV, 210.

Sublimation und Zersetzung unter Abgabe von Joddämpfen ein. Das Trijodresorcin ist in Wasser vollkommen unlöslich. Es löst sich leicht in Schwefelkohlenstoff, Alkohol und Aether mit tiefrother Farbe und krystallisirt daraus in langen schwach rosenrothen Nadeln. In kaltem Eisessig ist es ziemlich löslich, ebenfalls mit rother Farbe. In Alkalien, alkalischen Carbonaten und Anilin ist es leicht löslich mit brauner Farbe, und erleidet Zersetzung. Salzsäure hat gar keine Einwirkung; Schwefelsäure greift es in der Kälte nicht an; in der Wärme wird es verkohlt. Concentrirte Salpetersäure löst es in der Wärme langsam auf.

Bemerkenswerth aber ist die Verwandlung, die beim Kochen des Trijodresorcins mit Salpetersäure eintritt. Joddämpfe werden reichlich abgegeben, und beim Eindampfen der Lösung erhält man die gelben Krystalle der Styphninsäure $C_6H(NO_2)_3(HO)_2$ S. P. 173⁰⁵. Bei den Benzolhalogenen sind unseres Wissens bis jetzt nur wenige Fälle einer derartigen Umsetzung bekannt.

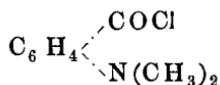
Ein Versuch um die Pyrogallussäure $C_6H_3(OH)_3$ ebenfalls vermittelst Chlorjod zu jodiren gab keine Resultate.

474. Otto Fischer: Ueber die Phtaléine von tertiären aromatischen Basen.

(Mittheilung aus dem chem. Laboratorium der Akademie der Wissenschaften in München.)

(Eingegangen am 29. November.)

Michler¹⁾ hat bekanntlich gezeigt, dass man in Dimethylanilin die Gruppe $COCl$ mit Leichtigkeit einführen kann unter Bildung des Körpers



Das Dimethylanilin verhält sich also bei dieser Reaction wie Phenol bei der Kolbe'schen Synthese der Salicylsäure und der Reimer'schen Bildungsweise des Salicylaldehyds. Sowie bei diesen Reactionen die in das Phenol eintretenden Gruppen CO_2 und COH mit ihrem C in den Kohlenstoff des Benzolkernes eingreifen, so geschieht dasselbe bei der Michler'schen Synthese in Bezug auf Dimethylanilin.

Zweck vorliegender Arbeit ist es nun zu zeigen, dass die Uebereinstimmung im Verhalten zwischen Dimethylanilin und Phenol noch weiter geht, indem sich das Dimethylanilin auch in Bezug auf die von Baeyer entdeckte Phtaléinreaction genau wie Phenol verhält:

¹⁾ Diese Berichte IX. S. 400 u. 716.