

Verbrennung: 0.200 Gr. gaben 0.459 CO_2 = 0.125 C = 62.5 pCt. und 0.2115 H_2O = 0.0235 H = 11.75 pCt.

Borbestimmung nach Marignac: 0.532 Gr. gaben 0.0765 B_2O_3 = 0.024 B = 4.51 pCt.

Die Formel $(\text{C}_4\text{H}_5\text{O})_2$ B fordert 62.6 C; 11.74 H; 4.78 B.

	Berechnet.	Gefunden.
C	62.6 pCt.	62.5 pCt.
H	11.74 -	11.75 -
B	4.78 -	4.51 -

Einwirkung von Borchlorid auf Benzylalkohol.

Da schon Canizzaro ¹⁾ bald nach Entdeckung des Benzylalkohols beobachtet hatte, dass Borsäureanhydrid und Borfluorid auf jenen nur wasserentziehend wirken und damit Stilben resp. Dibenzyläther bilden, so versuchte ich Benzylborat durch Einleiten von Borchlorid in Benzylalkohol darzustellen. Hierbei entweicht Chlorwasserstoff in Strömen, während ein Theil desselben sich mit Benzylalkohol zu Benzylchlorid umsetzt. Letzteres ging bei der Destillation des Reactionsprodukts aus dem Oelbade zuerst über, während in der Retorte eine braune Masse blieb, welche erst bei hoher Temperatur zum Theil verflüchtigt werden konnte und in der Vorlage erstarrte. Analyse und Schmelzpunkt (50°) erwiesen diesen Körper als Dibenzyl.

0.303 Gr. gaben 1.0225 CO_2 = 0.280 C = 92.41 pCt. und 0.2025 H_2O = 0.0225 H = 7.42 pCt.

Die Formel des Dibenzyls $(\text{C}_7\text{H}_7)_2$ verlangt 92.31 C; 7.69 H.

	Berechnet.	Gefunden.
C	92.31 pCt.	92.41 pCt.
H	7.69 -	7.42 -
	100.00 pCt.	99.83 pCt.

Ueber das eigenthümliche Verhalten des Borsäureanhydrids zu Caprylalkohol hoffe ich in Kürze Mittheilungen machen zu können.

Leipzig, 6. August 1877.

Phys.-chem. Labor. d. Hrn. Prof. Wiedemann.

420. P. Phillips Bedson: Ueber drei isomere Bromamidophenyl-essigsäuren.

(Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Bonn.)
(Eingegangen am 12. August, verlesen in der Sitzung von Herrn Salkowski.)

Die Fortsetzung der Untersuchung einiger Phenyl-essigsäurederivate, über welche ich in dem sechsten Heft dieses Jahrgangs dieser Berichte schon mehrere Angaben machte, hat folgende Resultate ergeben.

¹⁾ Ann. Chem. Pharm. XCII, 113.

Die Parabrommetanitrophenylessigsäure wurde mit Zinn und Salzsäure reducirt, dadurch entstand eine in Wasser leicht lösliche, krystallinische Doppelverbindung von Zinnchlorür und dem salzsauren Salz der Bromamidophenylessigsäure. Durch Behandeln dieser Verbindung mit Schwefelwasserstoff wurde das salzsaure Salz der Parabrommetaamidophenylessigsäure erhalten, welches in weissen, an der Luft sich roth färbenden, rosettenförmig gruppirten Nadeln krystallisirt. Die Analysen zeigten, dass dieser Verbindung die Formel

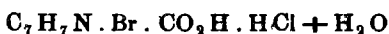


zukommt. Die aus diesem Salz durch Behandeln mit Ammoniak und Essigsäure abgeschiedene Parabrommetaamidophenylessigsäure



krystallisirt in weissen, an der Luft sich langsam roth färbenden seidenglänzenden Nadeln, welche in heissem Wasser, Alkohol und Chloroform ziemlich, in Aether aber schwer löslich sind.

Die Säure, die ich in der früheren Mittheilung¹⁾ als Parabromorthonitrophenylessigsäure bezeichnet habe, gab beim Behandeln mit Zinn und Salzsäure ebenfalls eine in Wasser leicht lösliche Verbindung von Zinnchlorür und dem salzsauren Salz der zugehörigen Bromamidosaure. Zur Gewinnung des salzsauren Salzes der Säure wurde ebenso verfahren wie bei der Darstellung des gleichen Salzes der oben beschriebenen Parabrommetaamidophenylessigsäure. Dieses Salz, dessen Formel



durch die Analysen festgestellt wurde, krystallisirt in langen, weissen, sich an der Luft roth färbenden Nadeln, welche löslicher als die Krystalle des salzsauren Salzes der isomeren Säure sind. Die Bromamidophenylessigsäure



welche wieder aus dem salzsauren Salz durch Behandeln mit Ammoniak und Essigsäure gewonnen wurde, erschien in Form weisser, flacher, prismatischer Nadeln, welche sich an der Luft schnell roth färbten, und bei 167° unter Zersetzung schmolzen. Beim Erhitzen der geschmolzenen Säure zwischen 166—176° resultirte ein nicht sublimirendes, in allen Lösungsmitteln unlösliches Produkt; welches auch durch Einwirkung von PCl_3 auf die Lösung der Säure in Benzol aber noch nicht in analysirbarem Zustande erhalten wurde.

Bei der Nitrirung der Parabromphenylessigsäure erhielt ich ausser den bei 114° und 169° schmelzenden Bromnitrosäuren eine Krystallmasse durch Ausziehen der Mutterlaugen mit Chloroform, deren Aussehen von dem der beiden anderen Säuren verschieden war. Bei der Reduction dieser Krystallmasse wurde eine Bromamidophenylessigsäure

¹⁾ Diese Berichte X, 520.

gewonnen, welche in braun gefärbten Blättchen krystallisirt und bei 186° schmilzt, also jedenfalls ein drittes Isomeres darstellt. Die Entstehung dieser Säure ist wohl darin begründet, dass die angewandte Bromphenyllessigsäure aus einem Gemisch von zwei isomeren Säuren bestand, eine Annahme, die durch die mittlerweile von Loring Jackson¹⁾ veröffentlichten Untersuchungen, eine Bestätigung findet.

Die weitere Untersuchung dieser Substanzen wird noch nähere Aufklärung über die Constitution derselben ergeben.

Bonn, den 15. August 1877.

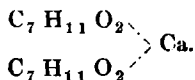
421. Otto Kraft: Ueber Teracrylsäure und diaterpenylsaure Salze.

(Aus der Dissertation des Verfassers.)

(Eingegangen am 18. August; verl. in der Sitzung von Hrn. E. Salkowski.)

Die im Laboratorium des Hrn. R. Fittig begonnene Arbeit über „Teracrylsäure“ (s. diese Berichte X, 521) wurde weiter fortgesetzt. Bei Gelegenheit der Untersuchung der Spaltungsprodukte der Teracrylsäure mit schmelzendem Kalihydrat, machte ich die Beobachtung, dass diese Säure unter gewissen Verhältnissen (unter denen das längere Erhitzen des Kaliumsalzes mit conc. Kalilauge auf dem Wasserbade hervorzuhelien ist) sich vollständig ähnlich verhält wie die Isocrotonsäure, indem sie sich wie diese unter obigen Bedingungen in eine isomere Säure umwandelt. Dieselbe riecht in nicht zu verdünntem Zustand schwach nach Cymol und liefert ein in zolllangen Nadeln krystallisirendes Calciumsalz, das in heissem Wasser schwerer löslich ist, als in kaltem. Bringt man eine gesättigte Lösung dieses Salzes im zugeschmolzenen Rohr in Wasser von 60 — 70°, so scheidet sich fast momentan ein grosser Theil des Salzes aus. Beim Erkalten findet wieder, wenn auch nicht ganz vollständig, Lösung statt.

Schon beim Eindampfen der wässrigen Lösung auf dem Wasserbade zeigt sich eine Abscheidung des Salzes in fettglänzenden Blättchen. Sowohl das in der Hitze abgeschiedene, als auch das schön krystallisirte Calciumsalz wurden der Analyse unterworfen. Für die Formel:



	Berechnet.	Gefunden.	
Ca	13.60 pCt.	13.27	13.58 pCt.

Das Silbersalz konnte in krystallisirtem Zustand nicht erhalten werden. Bei dem Schmelzen des Kaliumsalzes mit Kalihydrat wurden 2 Säuren erhalten, von denen die eine sich als Ameisensäure erwies;

¹⁾ Diese Berichte X, 1209.