

0.05 M. bläulichgraue, harte, scharfkantige Blende mit Bleiglanz.

Zn = 64 pCt. S = 20.32 pCt. Vergl. Analyse 5,

0.50 M. leerer Dolomit,

Sohlenkalk.

Breslau, evang. höh. Bürgerschule II, d. 15. Febr. 1878.

94. P. Weselsky u. R. Benedikt: Ueber Azophenole.

[Aus dem Laboratorium für analytische Chemie an der k. k. technischen Hochschule in Wien.]

(Eingegangen am 26. Februar.)

Für die Darstellung von Azophenolen ist noch keine allgemein brauchbare Methode angegeben worden. Nur eine derartige Verbindung ist bis jetzt bekannt geworden: das Paraazophenol, welches C. Jaeger¹⁾ durch Verschmelzen des Nitrosophenols mit Aetzkali erhielt.

Wir haben nun gefunden, dass Mononitrophenole ganz allgemein bei der Einwirkung schmelzenden Kalis in Azophenole übergehen und haben bis jetzt vorzüglich das dem Orthonitrophenol entsprechende Azoprodukt dargestellt. Auch beim Nitroresorcin und Paranitrophenol erhielten wir befriedigende Resultate, das letztere giebt ein Produkt, welches wahrscheinlich mit dem Azophenol Jaeger's identisch ist.

Das flüchtige Nitrophenol, nach dem von dem einen von uns beschriebenen Verfahren²⁾ bereitet, wurde in Parthien von 5 Gr. in die 4—5fache Menge mit wenig Wasser geschmolzenen Aetzkalis eingetragen. Die durch das Nitrophenolkalium roth gefärbte Masse wird nur soweit erhitzt, bis sie sich plötzlich prachtvoll dunkelgrün metallglänzend färbt und unter Ammoniak-Entwicklung sehr stark zu schäumen beginnt. Nach wenigen Sekunden sinken die Blasen ein und es hinterbleibt eine tiefrothe Schmelze, die in wenig Wasser gelöst und mit verdünnter Schwefelsäure übersättigt wird. Dabei scheiden sich gelbbraune Flocken von undeutlich krystallinischer Structur ab. Diese werden so lange mit Wasser gewaschen, bis der letzte Rest des unzerstört gebliebenen Nitrophenols entfernt ist, hernach getrocknet, zerrieben und mit siedendem Aether extrahirt.

Das Azophenol geht nun in Lösung, während die Verunreinigungen in Form eines dunkel gefärbten Schleimes zurückbleiben. Der Aether hinterlässt beim Abdunsten reines Azophenol, welches noch einmal aus verdünntem Alkohol umkrystallisirt wird.

¹⁾ Diese Berichte VIII, 1499.

²⁾ Ebendasselbst VIII, 98.

Eine Stickstoffbestimmung ergab folgendes Resultat:

	Gefunden.	Berechnet für $C_{12}H_{10}N_2O_2$
N	13.42	13.08.

Das Orthophenol bildet prächtige, goldglänzende Blättchen, die sich in Alkohol und Aether lösen, in Wasser jedoch vollständig unlöslich sind. Kalilauge nimmt es mit schön rothgelber Farbe auf, Säuren fällen es wieder unverändert heraus. Es schmilzt bei $171^{\circ}C$. und ist unzersetzt sublimirbar.

Wir behalten uns das nähere Studium dieser Reaction und der dabei erhaltenen Azoprodukte vor.

Wien, den 24. Februar 1878.

95. **E. Ador und A. Billiet: Ueber die Einwirkung von Chlorkohlenoxyd auf Xylol in Gegenwart von Chloraluminium.**

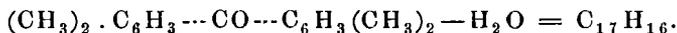
Vorläufige Mittheilung.

(Eingegangen am 28. Februar.)

Wenn man Chlorkohlenoxyd $COCl_2$ in Xylol leitet, welches bis zu -15° abgekühlt ist und dann zu dem Gemisch allmählich Chloraluminium setzt, so erhält man nach Waschen mit Wasser und Alkali¹⁾ ein Keton, welches gegen 340° siedet und nicht erstarrt, selbst wenn man 24 Stunden lang auf -60° abkühlt (dieser Kältegrad wurde während der Versuche von Pictet über die Verflüssigung des Sauerstoffs erhalten). Kocht man das Keton einige Stunden mit Kali, so erhält man eine Säure $C_6H_3(CH_3)_2 \cdot CO \cdot OH$, welche bei der Oxydation Säuren von der Formel $C_6H_3(CH_3)(CO \cdot OH)_2$ und $C_6H_3(CO \cdot OH)_3$ liefert.

Diese Säuren sind noch nicht genau untersucht; wir haben aber noch eine bemerkenswerthe Reaction des Ketons beobachtet.

Kocht man dasselbe nämlich längere Zeit, so tritt Wasser aus und man erhält einen Kohlenwasserstoff:



Das Tolylketon verhält sich ebenso, aber der Kohlenwasserstoff entsteht viel schwieriger. Wir wünschen uns das Studium der Wasserentziehung durch Wärme aus den Ketonen zu reserviren.

¹⁾ Diese Berichte X, 1854 und X, 2173.