

gelöst und dieser ätherische Auszug im Polarisationsapparat untersucht. Die Flüssigkeit war optisch inactiv. — Nach Entfernung des Aethers wurde das Zurückbleibende destillirt. Es ging bei ca. 220° über; eine Fractionirung konnte aus Mangel an Substanz nicht vorgenommen werden. Die Analysen ergaben:

	Gefunden	Berechnet
C	75.18	74.76
H	12.25	12.10.

Für $C_4 H_9 \text{ --- } CH(OH) \text{ --- } CH(OH) \text{ --- } C_4 H_9 = C_{10} H_{22} O_2$
berechnet sich:

	C	68.97	H	12.64;
für $C_4 H_9 \text{ --- } CH \text{ --- } O \text{ --- } CH \text{ --- } C_4 H_9 = C_{10} H_{20} O$:				
	C	76.92	H	12.82.

Wenn die gefundenen Zahlen auch nur der letzteren Formel ziemlich angenäherte Werthe ergaben, so kann doch an der Natur der Substanz nicht wohl gezweifelt werden, da eine Reinigung wegen der kleinen Menge nicht ausführbar war, und besser stimmende Zahlen für das Rohprodukt daher kaum erwartet werden durften.

Nach der Darstellung des Divaleryls sind jetzt also mit Sicherheit vier Repräsentanten dieser Klasse von Körpern bekannt: das Dibutyryl, Dicuminyll, Dibenzoyl und Divaleryl.

Ein näheres Studium derartiger Doppelketone bietet manches Interesse, und es würde mich freuen, wenn ich durch diese Notiz den Fachgenossen hierzu eine Anregung gegeben haben wollte.

Aachen, chem. Laborat. d. Polytechn., im Februar.

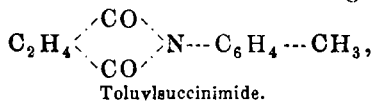
82. G. v. Bechi: Ueber Succinylverbindungen der Toluidine.

(Eingegangen am 18. Februar; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Vor Kurzem¹⁾ habe ich erwähnt, dass durch Einwirkung von Bernsteinsäure auf Orthotoluidin das Orthotoluylsuccinimid entsteht.

Doch hat Hr. Michael in einer Abhandlung²⁾, welche meiner Aufmerksamkeit bis jetzt gänzlich entfallen war, den von mir erhaltenen Körper schon beschrieben, und seine Angaben stimmen mit den meinigen überein.

Ich habe nun einige Derivate desselben dargestellt, sowie auch die entsprechenden Verbindungen der Parareihe und erlaube mir das Resultat meiner Versuche der Gesellschaft im Folgenden mitzutheilen.



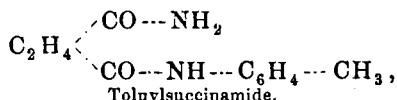
¹⁾ Diese Berichte XII, 25.

²⁾ Ebendaselbst X, 579.

Orthoverbindung. Als ich eine reinere Bernsteinsäure zur Verfügung hatte, gelang es mir, die umständliche Reinigung mit Aether zu umgehen und durch zweimaliges Umkrystallisiren des Rohproduktes aus heissem Wasser die reine Substanz zu erhalten. Sollte sie übrigens die angegebene teigige Beschaffenheit besitzen, so kann man sie leicht reinigen durch Auflösen in englischer Schwefelsäure und Versetzen mit Wasser; sie krystallisirt dann durch Erkalten der Lösung aus.

Auf die eine oder die andere Weise gereinigt, stellt der Körper weisse, glänzende, bei 75° schmelzende Nadeln dar, welche bei 338 bis 340°, bei 733 mm Druck unzersetzt destilliren. Er ist löslich in Wasser, Alkohol, Chloroform, Schwefelkohlenstoff und Benzol, weniger gut in Aether, krystallisirt aber am besten aus Wasser aus.

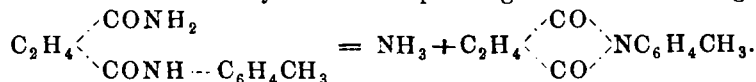
Die Paraverbindung wurde von Sell¹⁾, später von Taylor²⁾ beschrieben. Ich stellte sie genau wie die Orthoverbindung aus reinem Paratoluidin dar und reinigte das Produkt durch Krystallisation aus siedendem Wasser. Es bildet schöne, weisse Nadeln, welche bei 151° (Taylor giebt 150° an) schmelzen und bei 344—345° bei 733 mm Druck unzersetzt destilliren; es ist leicht löslich, besonders in der Wärme, in Alkohol, Chloroform, Benzol und Wasser, jedoch weniger leicht als die Orthoverbindung, von welcher es sich durch Krystallisation aus heissem Wasser sehr leicht trennen lässt.



Orthoverbindung. Sie entsteht durch Einwirkung von alkoholischem Ammoniak auf das Orthotoluylsuccinimid.

10 g Orthotoluylsuccinimid wurden in zugeschmolzenem Rohre mit alkoholischem Ammoniak während 7 Stunden auf 100° erhitzt, der Alkohol und das Ammoniak durch Erwärmen auf dem Wasserbade verjagt, und der Rückstand mehrere Male aus Wasser umkrystallisirt.

Das Orthotoluylsuccinamid bildet weisse, glänzende Blättchen, welche bei 160° schmelzen und durch stärkeres Erhitzen sich in Ammoniak und Orthotoluylsuccinimid spalten gemäss der Gleichung:



Die Paraverbindung wird genau wie die Orthoverbindung dargestellt und unterscheidet sich von dieser nur durch die geringere Löslichkeit und den niedrigeren Schmelzpunkt von 148°.

Eine Stickstoffbestimmung ergab folgende Zahlen.

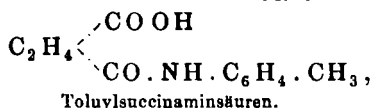
¹⁾ Liebig's Annalen 126, 168.

²⁾ Diese Berichte VIII, 1225.

0.3885 Substanz gaben 50.1 ccm Stickstoff bei 18° und 717 mm gemessen.

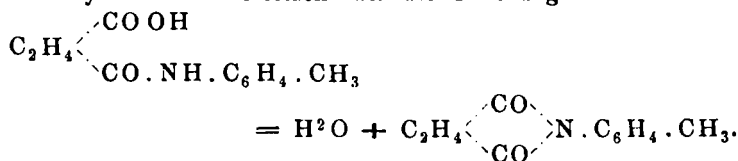
Daraus folgt N = 14.03.

Berechnet für $C_{11}H_{14}O_2N_2$	Gefunden
13.6	14.03



Orthoverbindung. Barytwasser löst beim Kochen das Orthotoluylsuccinimid leicht auf; wird die Lösung mit verdünnter Schwefelsäure versetzt, so scheiden sich durch Erkalten der vom entstandenen Bariumsulfat abfiltrirten Lösung hübsche, weisse Nadeln aus, welche zur weiteren Reinigung nur einmal aus Alkohol oder Wasser umkrystallisirt zu werden brauchen und die genannte Säure darstellen.

Die Orthotoluylsuccinaminsäure bildet weisse, glänzende Nadeln, welche bei 97° schmelzen und sich bei weiteren Erhitzen in Wasser und Toluylsuccinimid zersetzen nach der Gleichung:



Bariumsalz. Wird leicht rein erhalten, indem man in die Lösung des Orthotoluylsuccinimids in Barytwasser einen Strom Kohlensäure einleitet, um den Ueberschuss an Baryt als Carbonat zu fällen, und die abfiltrirte Lösung der Krystallisation unterwirft.

Die Krystalle sind selten wohl ausgebildet, besitzen vielmehr den Anschein einer körnigen Masse; einige Zeit unter einer Glocke über Schwefelsäure stehen gelassen, enthielten sie noch 1 Mol. Krystallwasser wie aus den folgenden Analysen hervorgeht:

I.	0.1965 g Salz geben	0.0063 g H_2O	und	0.0815 g $BaSO_4$
II.	0.2290 - - -	0.0075 - H_2O	-	0.0915 - $BaSO_4$.

Hieraus folgt:

	Berechnet für	Gefunden	
	$C_{22}H_{24}O_6N_2Ba + H_2O$	I.	II.
H_2O	3.18 pCt.	3.21	3.27 pCt.
Ba	24.95 -	25.19	24.57 - .

Paratoluylsuccinaminsäure. Wird wie die Orthoverbindung dargestellt und besitzt analoge Eigenschaften. Schmelzp. 157°.

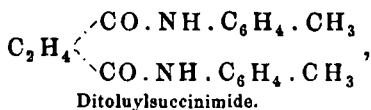
Das Bariumsalz krystallisirt in weissen, glänzenden Schuppen, welche 1 Mol. Krystallwasser enthalten.

Die Analyse bestätigte die Formel.

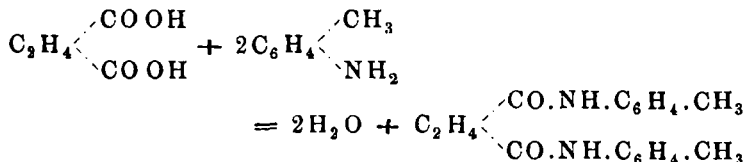
0.178 g Substanz gaben 0.006 g H_2O und 0.0735 g $BaSO_4$.

Hieraus folgt:

	Berechnet für	Gefunden
	$C_{13}H_{14}O_6N_2Ba + H_2O$	
H_2O	3.18	3.37
Ba	24.95	25.12.



Orthoverbindung. Zur Darstellung dieses Körpers erwärmt man ein Gemisch von reinem Orthotoluidin und Bernsteinsäure, im Verhältniss von 2 Mol. des ersteren zu 1 Mol. des letzteren einige Zeit auf dem Sandbade. Hierauf zieht man die erhaltene Masse mit Wasser aus, wobei das daneben entstandene Monoimid in Lösung geht, und krystallisirt den Rückstand wiederholt aus heissem Alkohol aus. Die Reaction verläuft theilweise nach der Gleichung:



Es bildet sich aber gleichzeitig viel Monoimid, so dass die Ausbeute an Ditolylverbindung eine ziemlich unbefriedigende ist. Eine Stickstoffbestimmung ergab folgende Zahlen: 0.3715 g Substanz gaben 32.2 ccm Stickstoff bei 15° und 713 mm Druck gemessen. Hieraus folgt N = 9.51 pCt.

Berechnet für	Gefunden
$C_{13}H_{20}O_2N_2$	
9.46	9.51.

Das Orthoditoluylsuccinimid bildet weisse, feine Nadeln, sehr wenig löslich in Wasser, ziemlich gut in Alkohol; besonders in der Wärme, welche bei 100° schmelzen und bei weiterem Erhitzen sich in Orthotoluidin und Orthotoluylsuccinimid spalten.

Paraverbindung. Wird aus reinem Paratoluidin auf dieselbe Weise wie die Orthoverbindung aus Orthotoluidin dargestellt. Sie bildet weisse Nadeln, welche bei 256° schmelzen und im Uebrigen dieselben Eigenschaften wie die Orthoverbindung besitzen.

Genf, Universitätslaboratorium 15. Februar 1879.