

Das neue Amidophenol vom Schmelzpunkt 150° leicht in grösserer Menge zu gewinnen, ist mir bis jetzt nicht geglückt. Die neuerdings von Morse ¹⁾ empfohlene Amidirung mit Zinn und Essigsäure scheint nicht vortheilhaft zu sein; auch durch Schwefelammonium lässt sich die Umwandlung sehr schwierig ermöglichen. Besser ist die Anwendung von Zinn und Salzsäure, doch ist dafür zu sorgen, dass bei der Reaktion die Masse nicht unnöthig lange mit der sauren Flüssigkeit in Berührung bleibe. Am vortheilhaftesten geschieht aber die Darstellung des neuen Amidophenols (meinen bisherigen Versuchen nach) aus dem entsprechenden Nitrophenol-Phenol, wobei das sich abspaltende Phenol als günstiges Verdünnungsmittel wirkt, durch Zinn und Salzsäure. Nachdem sodann das Zinn ausgefällt ist, verdampft man die salzsaure Lösung auf dem Wasserbade zur Trockne, löst den Rückstand in Wasser, entfärbt mit Thierkohle, macht die Amidoverbindung durch Natronlauge und Essigsäure frei und zieht sie mit Aether aus. Der ätherische Rückstand wird endlich aus Wasser mit Hilfe von Thierkohle umkrystallisirt.

Das vierte Amidophenol ist sowohl durch seinen Schmelzpunkt (150°), durch seine erheblich grössere Löslichkeit in Wasser, als auch, wie es scheint, durch seine Krystallform (Nadeln) von dem in Schuppen krystallisirenden, bei 170° schmelzenden Orthoamidophenol unterschieden. 0.1197 g gaben 65.72 pCt. C und 6.88 pCt. H. (Berechnung für $\text{OHC}_6\text{H}_4\text{NH}_2$: C = 66.05 pCt. und H = 6.42 pCt.)

Bei einer anderen Analyse ging die Kohlenstoffbestimmung verloren; der Wasserstoffgehalt aus 0.1404 g Substanz mit 6.93 pCt. stimmt indess mit dem oben Gefundenen nahezu überein.

Ich bitte auch jetzt noch, mir den abgehandelten Gegenstand zur weiteren Untersuchung, namentlich des neuen Amidophenols, zu belassen und hoffe nun in Bälde darüber ausführlicher mittheilen zu können.

Marburg, 27. März 1880.

187. James H. Stebbins: Ueber einige Azokörper.

Zweite Abhandlung.

(Eingegangen am 29. März 1880.)

Die von mir vor kurzem erschienene Abhandlung (Diese Berichte XIII, 43) habe ich jetzt fortgesetzt und ich erlaube mir diesmal der Gesellschaft noch einige Verbindungen in dem Nachfolgenden kurz zu beschreiben, während ich eine ausführlichere Beschreibung der-

¹⁾ Jahresber. f. 1879, 550.

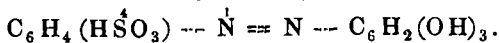
selben nebst Angabe der analytischen Daten, auf eine spätere Zeit verschiebe.

Azobenzoloxycarboxylbenzol, $C_6H_5 \text{---} N \equiv N \text{---} C_6H_5 \left\langle \begin{array}{l} OH \\ COOH \end{array} \right.$.

Wird ein Molekül salpetersaures Diazobenzol mit einer alkalischen Lösung von einem Molekül Salicylsäure zusammen gebracht und sich einige Zeit selbst überlassen, so füllt sich die Lösung mit orangerothen Nadeln, die auf ein Filter geworfen, ein paar Mal mit Wasser gewaschen und getrocknet werden. Die so erhaltene Verbindung ist in Wasser unlöslich, lässt sich dagegen leicht aus Alkohol umkrystallisiren. Mit starker Schwefelsäure unter gelindem Erwärmen behandelt, erhält man eine Verbindung, die, in Wasser gegossen, einen voluminösen Niederschlag der Sulfosäure giebt, und mit der von P. Griess durch Behandlung von Diazosulfanilsäure mit Salicylsäure erhaltenen (Diese Berichte XI, 2196) identisch zu sein scheint.

Diese Verbindung $(C_6N_4(H\overset{\uparrow}{S}O_3) \text{---} N \equiv N \text{---} C_6H_5 \left\langle \begin{array}{l} OH \\ COOH \end{array} \right.)$ krystallisirt in schönen, gelben Nadeln, die in Wasser schwer, dagegen leicht in Alkohol löslich sind.

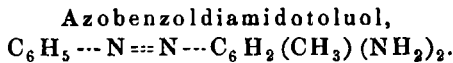
Parazosulfoxybenzolphloroglucin,



Zur Darstellung dieser Verbindung wird Paradiazobenzolsulfosäure in eine alkalische Lösung von Phloroglucin eingetragen (hierunter verstehe ich das von L. Barth (Diese Berichte XII, 417) durch Schmelzen von Resorcin mit Aetznatron erhaltene Phloroglucin), der sofort gebildete Niederschlag in heissem Wasser gelöst und mit Kochsalz in der Form des Natronsalzes wieder niedergeschlagen, das aus heissem Wasser in gelben Blättchen krystallisirt.

Das Natronsalz, $C_6H_4(NaSO_3) \text{---} N \equiv N \text{---} C_6H_2(OH)_3$, ist in Wasser leicht, doch weniger in Alkohol löslich und schön orange-farbig. Durch Behandlung einer gesättigten Lösung des Natronsalzes mit einem Ueberschusse von Salzsäure erhält man die freie Säure in schönen, gelben Blättchen mit starkem, metallischem Glanz, die in Wasser weniger als das Natronsalz löslich ist.

Eine etwas besser untersuchte Verbindung erhält man, wenn gleiche Moleküle von salpetersaurem Diazobenzol und α Toluyldiamin (l. c. 99) zusammengebracht werden. Sie hat grosse Aehnlichkeit mit dem von O. N. Witt (Diese Berichte X, 654) entdeckten „Chrysoïdin“.



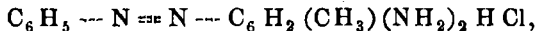
Die freie Base erhält man in schwach gelb gefärbten Nadeln durch Uebersättigung des salpetersauren Salzes mit Ammoniak. Sie ist schwer in Wasser, dagegen leicht in Alkohol löslich, woraus sie in schönen, gelben Nadelchen krystallisirt.

Die Analysen der bei 100° C. getrockneten Basen führte zu den folgenden Zahlen.

	Berechnet für $C_{13}H_{14}N_4$		Gefunden
C	156	69.03	68.35
H	14	6.19	7.61
N	56	24.78	24.60
	226	100.00.	

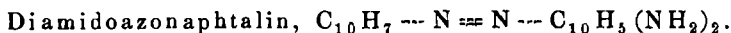
Versucht man diese Zahlen zu interpretiren, so ist man zunächst auf die oben erwähnte Formel hingewiesen.

Wird die Base mit der berechneten Menge Salzsäure behandelt so entsteht das einfache saure Salz,



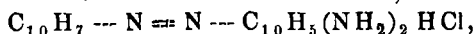
das in schönen, orangerothern Nadeln krystallisirt und in Wasser und Alkohol in allen Verhältnissen löslich ist, dagegen ein grosser Ueberschuss von Säure (wie in dem Chrysoidin), liefert das in schönen, scharlachrothen Nadeln krystallisirende Doppelsalz, das sich leicht an der Luft unter Schwärzung zersetzt. Das Nitrat, Sulfat und Oxalat sind sich täuschend ähnlich. Mit Metallchloriden liefert das Chlorhydrat gut krystallisirende Doppelsalze, von welchen das Zinkdoppelsalz, durch Einwirkung von Chlorzink auf eine wässrige Lösung des Chlorhydrats erhalten wird. Diese ist in Wasser leicht, mit schön orange gelber Farbe löslich. Das Platindoppelsalz bildet schöne, scharlachrothe Nadeln, die sich aber rasch an der Luft verändern. Mit starker Schwefelsäure erwärmt und in kaltes Wasser gegossen, entsteht ein voluminöser, brauner Niederschlag der Sulfosäure, welche durch Neutralisiren in das Natron- oder Kalisalz verwandelt wird. Dieses ist leicht in Wasser löslich, giebt aber eine braunere Tinte als das salzsaure Salz.

Wird das Chlorhydrat mit reducirenden Agentien (wie Zinn und Salzsäure) behandelt, so bildet sich unter Entfärbung der Lösung Anilin und Triamidotoluol. Wie das Chrysoidin, liefert auch das Azobenzoldiamidotoluolchlorhydrat, mit Anilin behandelt, einen schmutzig violetten Farbstoff, der in alkoholischer Lösung, eine starke Fluorescenz zeigt, und der jedenfalls der Reihe des Indulins angehört.



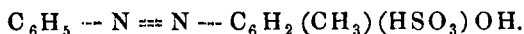
Wird wie die vorhergehende Verbindung beim Vermischen gleicher Moleküle von salpetersaurem Diazonaphtalin und Naphtylen-

diamin erhalten (hierunter verstehe ich das durch Reduciren von β -Dinitronaphtalin, mit Zinn und Salzsäure erhaltene Diamidonaphtalin) und die Base mittelst Ammoniak frei gemacht. Sie ist nicht in Wasser, dagegen in Alkohol löslich und vereinigt sich leicht mit Säuren zu braunen Salzen. Das salzsaure Salz,



ist in Wasser wenig, mehr in Alkohol mit schön brauner Farbe löslich. Mit starker Schwefelsäure behandelt, löst es sich leicht mit intensiver, blauer Farbe auf.

Azobenzolsulfokresol,



Es lässt sich durch Einwirkung von salpetersaurem Diazobenzol auf eine alkalische Lösung von Kresolsulfosäure darstellen (hierunter verstehe ich das aus Kohlentbeer erhaltene Kresol). Die tief orangefarbene Lösung, mit Salzsäure behandelt, liefert nach einigem Stehen die freie Säure in langen, braunen Nadeln mit starkem, metallischen Glanz.

Sie wird vom Wasser wenig, mehr aber von Alkohol aufgenommen und färbt Seide und Wolle schön gelb.

New York, 10. März 1880.

188. V. Merz u. W. Weith: Vorlesungsversuche.

[Aus dem chem. Universitätslaboratorium in Zürich.]

(Eingegangen am 25. März 1880.)

Wir besprechen nachfolgend einige Erfahrungen, welche allmählig zusammengekommen sind und für Vorlesungsversuche sich verwerthen lassen.

a) Ameisensäure aus Kohlenoxyd.

Wie in diesen Berichten X, 2117 und XIII, 23 mitgetheilt ist, wird das Kohlenoxyd von genügend erhitztem Natronkalk unter Formiatbildung rasch absorbiert. Diese Reaktion kann dazu dienen, die Bildung eines organischen Körpers aus unorganischem Material im Vorlesungsversuche anzudeuten.

Das ganz reine Kohlenoxyd wird aus einem Gasometer durch Barytwasser geleitet, welches durchaus klar bleiben soll, und gelangt dann auf den Boden einer gut halb oder zu zweidrittel mit Natronkalk gefüllten und im Oelbad auf 200—220° erhitzten Retorte. Die Retorte fasst ca. 250 ccm; sie ist luftdicht mit einer doppelt tubulirten Vorlage verbunden, welche selber durch eine an 6 Fuss lange Steigröhre in tief indigoblaues Wasser taucht. — Anfangs ist die Absorption des