

| | Gefunden | | Theorie |
|----|----------|-------|------------|
| U | 34.22 | 33.47 | 33.85 pCt. |
| Na | 3.28 | 3.36 | 3.24 - |

Die Lösung des dreifachchloroessigsäuren Salzes krystallisirte nicht, sondern trocknete zu einer gummiartigen Masse ein.

7. F. W. Clarke und E. A. Kœbler: Oxalsaures Chrombaryum.
(Eingegangen am 24. Decbr. 1880; verlesen in der Sitzung vom 10. Januar 1881 von Hr. A. Pinner.)

Das oxalsaure Doppelsalz von Chrom und Baryum wurde erst von Rees-Reece¹⁾ beschrieben, welcher es als dunkel-violette, seidige Nadeln mit zwölf und mit achtzehn Molekülen Krystallwasser erhielt. Wir wiederholten die Originalmethode und erhielten das Salz in der grünen Modifikation, und in zwei Graden von Wässerung. Das eine Präparat krystallisirte in dunkelgrünen, seideartigen Nadeln, mit einem specifischen Gewicht von 2.372 bei 27° und mit zwölf Molekülen Krystallwasser. Das andere, etwas heller grün, hatte ein specifisches Gewicht von 2.896 bei 28°, und enthielt sieben Moleküle Wasser. Die analytischen Resultate stimmen sehr gut mit der angenommenen Formel des Salzes, $C_{12}Cr_2Ba_3O_{34} \cdot 7H_2O$ überein.

| | Gefunden | Theorie |
|-----------|----------|------------|
| Cr_2O_3 | 13.03 | 13.00 pCt. |
| BaO | 39.04 | 39.27 - |
| H_2O | 10.91 | 10.77 - |

Es ist unser Vorhaben bald eine genaue Revision dieser ganzen Serie oxalsaurer Doppelsalze vorzunehmen.

8. Edward J. Hallock: Ueber Bromnitro- und Chlornitrophenetole.
(Eingegangen am 31. December 1880; verl. in der Sitzung am 10. Januar 1881 von Hr. A. Pinner.)

Eine Art des Bromnitrophenetols lässt sich sehr leicht darstellen, indem man zuerst Bromphenetol durch direkte Einwirkung von Brom auf Phenetol darstellt. Letzteres ist eine Flüssigkeit, die durch die Einwirkung von Salpetersäure in Bromnitrophenetol übergeht. Diese Verbindung ist ein dickflüssiger Körper, welcher nach längerem Stehen fest wird. Diese so gewonnene, feste Substanz wird nach dem Lösen

¹⁾ Compt. Rend. 21, 1116.

in Alkohol und Verdunsten desselben in hellgelben Nadeln krystallisiert erhalten. Ihr Schmelzpunkt liegt bei 47° C. und halte ich sie für p-Brom-o-nitrophenetol.

Einen Körper von derselben Zusammensetzung bekommt man durch Einwirkung von Brom auf Paranitrophenetol (Schmelzpunkt 58°). Er schmilzt aber bei 55° und ist also ein Isomeres der erstgenannten Verbindung. Nach seiner Darstellungsmethode wird er o-Brom-p-nitrophenetol sein.

In ähnlicher Weise lassen sich zwei Chlornitrophenetole darstellen. Wenn man reines Phenetol mit chlorsaurem Kali mischt und concentrirte Salzsäure tropfenweise zusetzt, so entsteht ein Chloro-phenetol, welcher unter der Einwirkung von Salpetersäure schnell in Chlornitrophenetol verwandelt wird, welches in schönen, weissen Nadeln krystallisiert, die bei 61° schmelzen¹⁾. Dieser Körper soll nach Faust und Saame p-Chlor-o-nitrophenetol sein²⁾. Wenn man Chlornitrophenetol aus p-Nitrophenetol durch Einwirkung von chlorsaurem Kali erzeugen will, so bekommt man ein schön weisses Präparat, das in Nadeln krystallisiert und bei 78° schmilzt. Diese Verbindung ist freilich o-Chlor-p-nitrophenetol.

Die verschiedenen, oben beschriebenen Substanzen lassen sich in Amidkörper durch Reduktion mit Zinn und Salzsäure überführen.

Ich habe im vorigen Jahre im Universitätslaboratorium zu Berlin verschiedene Versuche angestellt, um reines Mononitrophenetol zu gewinnen; besonders aber beschäftigte mich die para-Verbindung, welche bei 58° schmilzt. Ich habe dieselbe direkt aus Phenetol durch Einwirkung von rother rauchender Salpetersäure erhalten³⁾. Die Ausbeute ist sehr gering. Die Reinigung geschieht, indem ein Wasserdampfstrom durch die in einem Kolben enthaltenen Flüssigkeit (Paranitrophenetol, Wasser, Theer u. s. w.) geleitet wird, wie bei der Trennung von ortho- und para-Nitrophenol, doch ist dieser Process sehr langwierig. Obwohl ich ziemlich viel Mononitrophenetol dargestellt habe (bei Hrn. Professor Hofmann zu Berlin und Mr. Ad. Wurz zu Paris), konnte ich doch nur wenig von para-Amidophenetol (Siedepunkt 253°) erhalten.

Auffallend ist es, dass man zuerst durch Einwirkung von starken Reagentien, wie Brom, nascirendem Chlor und rauchender Salpetersäure, auf Phenetol immer die resp. para-Verbindung erhält. Während Nitrophenetol sich nur schwer und mit grossem Verlust an Substanz darstellen lässt, kann man p-Brom-o-nitro- und p-Chlor-o-nitrophenetol sehr leicht in beliebiger Quantität ganz rein ohne Sub-

¹⁾ Amer. Chem. Journ. II, 1880, 258.

²⁾ Zeitschr. f. Chem. [2] V, 1869, 450.

³⁾ Amer. Chem. Journ. I, 1879, 271.

stanzverlust erzeugen, und die Ausbeute an Amido und Diazverbindungen soll nach Stebbins eine zufriedenstellende sein.

Schliesslich möchte ich den Herren Professor Hofmann, Wurz und Chandler, in dessen Laboratorien einige von diesen Untersuchungen angefangen wurden, meinen besten Dank ausdrücken; die neuesten Untersuchungen waren aber im hiesigen Laboratorium des Southern Medical College ausgeführt.

Atlanta, Ga., V. S. A., Dec. 17. 1880.

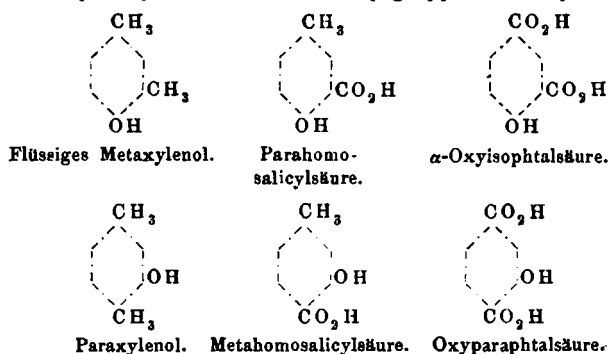
9. Oscar Jacobsen: Oxtoluylsäuren und Oxyphthalsäuren.

III. Mittheilung.

[Mittheilung aus dem chem. Universitäts-Laboratorium zu Rostock.]

(Eingegangen am 29. Decbr 1880; verlesen in der Sitzung vom 10. Januar 1881 von Hrn. A. Pinner.)

Durch anhaltendes Schmelzen mit Kaliumhydroxyd werden, wie ich früher mittheilte (diese Berichte XI, 374 und 570), das flüssige Metaxylenol und das Paraxylenol zu Oxytoluylsäuren und Oxyphthalsäuren oxydirt, und zwar in der Weise, dass in jedem Falle zunächst die dem Hydroxyl benachbarte Methylgruppe der Oxydation verfällt:



Aus dem einzigen bisher bekannten (1, 2, 4) Orthoxylenol, in welchem eine dem Hydroxyl benachbarte Methylgruppe überhaupt nicht vorhanden ist, bilden sich in der Kalischmelze keine derartigen Säuren. Die bei dem betreffenden Versuch in höchst geringer Menge erhaltene Säure vom Schmelzp. 198° (XI, 381) erwies sich später (XII, 437) als Oxyparaxylylsäure, verdankte also ihre Entstehung nur einer geringen Verunreinigung des Orthoxylols mit Pseudocumulol.

Ich bin nunmehr auf anderem Wege durch höchst sauber verlaufende Reaktionen zu den vom Orthoxylenol sich ableitenden Oxyssäuren gelangt, indem ich das Orthoxylolsulfamid zu Sulfaminsäuren oxydirte und diese mit Kaliumhydroxyd schmolz.