

Alkohol löst sie sich äusserst leicht. Beim Verdunsten der weingeistigen Lösung scheidet sie sich in grossen, derben, durchsichtigen Krystallen ab. Beim Erkalten der heiss gesättigten, wässrigen Lösung krystallisirt sie in kleineren, meistens sternförmig gruppirten, glasglänzenden Prismen. Die Krystalle enthalten, wie die der Oxytrimesinsäure, 2 Moleküle Krystallwasser.

Die entwässerte Säure schmilzt unter Zersetzung bei 240—245°. Mit Eisenchlorid färbt sich ihre Lösung intensiv dunkel braunroth. Das normale Baryumsalz,  $(C_9H_3O_7)_2Ba_3 + 5H_2O$ , wurde durch Kochen der freien Säure mit kohlenensaurem Baryum und viel Wasser erhalten. Nach mässigem Eindampfen des stets schwach sauer reagirenden Filtrats scheidet sich das Salz in sehr kleinen, derben, durchsichtigen Prismen ab, welche, einmal ausgeschieden, in Wasser äusserst schwer löslich sind.

Die Lösung des entsprechenden Ammoniaksalzes giebt mit salpetersaurem Silber einen voluminösen, fast amorphen, auch in heissem Wasser sehr wenig löslichen Niederschlag, mit schwefelsaurem Kupfer einen grasgrünen, amorphen Niederschlag, der sich in viel warmem Wasser löst und damit gekocht ein gelbgrünes basisches Salz liefert, mit salpetersaurem Blei eine amorphe, flockige, ganz unlösliche Fällung. Zinksalze fallen nicht.

Durch Erhitzen mit concentrirter Salzsäure auf 230—240° wurde die Oxytrimellithsäure in Kohlensäure und Metaoxybenzoësäure gespalten. Bei der Destillation mit Kalk lieferte sie reines Phenol.

#### 41. Oscar Jacobsen und H. Ledderboge: Ueber die Amidometaxyloisulfonsäure 1, 3, 4, 6.

[Mittheilung aus dem chem. Univ.-Laborat. zu Rostock.]

(Eingegangen am 29. Januar.)

In der Absicht, die in dem käuflichen Xylidin enthaltenen Basen in Form ihrer Sulfonsäuren von einander zu trennen, haben wir Xylidin aus zwei verschiedenen Bezugsquellen der Behandlung mit Schwefelsäure unterworfen. Wir erhielten dabei im Wesentlichen nur eine einzige Amidoxylolsulfonsäure, und diese erwies sich als vom 1, 3, 4 Metaxylydin abstammend. Eine zweite Amidoxylolsulfonsäure, die sich durch ihr weniger leicht lösliches und besser krystallisirendes Baryumsalz von der ersteren unterschied, konnte in dem einen Falle nachgewiesen, aber wegen ihrer zu geringen Menge nicht näher untersucht werden.

Die fast ausschliesslich erhaltene Säure ist zweifellos identisch mit derjenigen, welche schon Deumelandt<sup>1)</sup> aus rohem Xylidin (aus Nitroxylol vom Siedepunkt 240<sup>o</sup>) gewonnen hat.

Dieselbe Säure erhielten wir aus völlig reinem 1, 3, 4 Metaxyloidin, und zwar entstanden unter den eingehaltenen Bedingungen durchaus keine Isomere neben derselben.

Endlich stellten wir aus der Nitrometaxyloisulfonsäure 1, 3, 4, 6<sup>2)</sup> durch Reduktion mittelst Schwefelwasserstoff eine Amidosäure dar, die sich bei minutiöser Vergleichung als ebenfalls identisch mit der aus Xylidin gewonnenen erwies. Damit ist auch für die letztere die Stellung 1, 3, 4, 6 nachgewiesen.

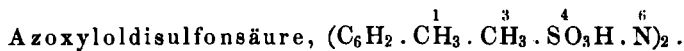
Darstellung. Käufliches Xylidin wird allmählich in das 1 $\frac{1}{2}$ fache Volumen schwach rauchender Schwefelsäure eingegossen, die heiss gewordene Flüssigkeit noch zwei Stunden lang auf 140—150<sup>o</sup> erhalten und nach dem Abkühlen mit so viel Eiswasser oder Schnee versetzt, dass ein dünner Brei entsteht. Die ausgepresste Amidoxylolsulfonsäure knetet man mit der nöthigen Menge kohlessaurem Baryum zusammen, bringt das Baryumsalz durch heisses Wasser in Lösung und zersetzt es durch schwefelsaures Kalium. Das ausgezeichnet schön krystallisirende Kaliumsalz lässt sich durch Umkrystallisiren leicht völlig rein erhalten.

Die daraus gefällte freie Säure bildet ein farbloses, krystallinisches Pulver. Aus heisser, wässriger Lösung krystallisirt sie in ziemlich langen, flachen, rechtwinklig abgeschnittenen Prismen. Sie enthält kein Krystallwasser. Bei 0<sup>o</sup> löst sie sich in 362.3 Theilen, bei 100<sup>o</sup> in 136.3 Theilen Wasser. Beim Erhitzen verkohlt sie, ohne vorher zu schmelzen.

Kaliumsalz,  $C_8H_8 \cdot NH_2 \cdot SO_3K + H_2O$ . Sehr grosse, harte, durchsichtige, rhombische Tafeln. Leicht löslich.

Das Natriumsalz,  $C_8H_8 \cdot NH_2 \cdot SO_3Na + H_2O$ , krystallisirt ebenfalls sehr gut in ähnlichen grossen, rhombischen Tafeln.

Das Baryumsalz,  $(C_8H_8 \cdot NH_2 \cdot SO_3)_2Ba + H_2O$ , bildet äusserst leicht lösliche, aus mikroskopischen Nadeln bestehende Warzen. Das lufttrockene Salz enthielt 3.9—4.4 pCt. Wasser. (Berechnet: 3.2 pCt.)



Eine Lösung des amidoxylolsulfonsauren Kaliums wird schon in der Kälte durch eine verdünnte Lösung von übermangansaurem Kalium augenblicklich oxydirt. Die erhitzte und heiss filtrirte, goldgelbe Flüssigkeit scheidet beim Erkalten oder nach dem Verdampfen das

<sup>1)</sup> Zeitschr. f. Chem. 1866, S. 22.

<sup>2)</sup> Diese Berichte XIII, 1558.

azoxyloldisulfonsaure Kalium,  $(C_8H_8NSO_3K)_2 + 4H_2O$ , in gelbrothen, rhombischen oder länglich sechseckigen Blättchen ab, die zu einer dem Jodoform ähnlichen blättrigen Masse zusammentrocknen. Sie sind in der Kälte schwer löslich.

Die warme concentrirte Lösung des Salzes wird durch einen grossen Ueberschuss von Salzsäure oder Schwefelsäure krystallinisch gefällt. Der goldgelbe, dem Musivgold ähnliche Niederschlag ist nicht die freie Säure, sondern das saure Kaliumsalz,  $(C_8H_8NSO_3)_2KH + 4H_2O$ . Es bildet mikroskopische, flache Prismen. Aus verdünnter wässriger Lösung krystallisirt es sehr gut in langen, flachen Nadeln. In verdünnten Mineralsäuren ist es sehr schwer löslich, in reinem Wasser aber leichter als das neutrale Salz. Die gesättigte wässrige Lösung giebt mit Chlorkalium eine Fällung von neutralem Salz.

Mit Ausnahme der Alkalisalze sind die normalen Salze der Azoxyloldisulfonsäure selbst in der Hitze sehr schwer lösliche, in der Kälte meistens fast unlösliche gelbe Niederschläge.

Das Baryumsalz besteht aus feinen Nadeln, das Strontiumsalz aus rhombischen, das noch schwerer lösliche Calciumsalz aus sechseckigen Blättchen. Das Magnesiumsalz ist selbst in siedendem Wasser fast unlöslich und nur undeutlich krystallinisch, das Mangansalz körnig krystallinisch. Das Silbersalz krystallisirt sehr gut in langen, gelben Nadeln. Das Bleisalz bildet kleine Prismen. Das Kupfersalz ist ein grünlich gelber, aus flimmernden Blättchen bestehender Niederschlag. Die Eisensalze werden ebenfalls als gelbe, krystallinische Fällungen erhalten.

Aus dem Baryumsalz wurde durch Schwefelsäure die freie Azoxyloldisulfonsäure gewonnen. Sie ist leicht löslich in Wasser, schwer in verdünnten Mineralsäuren. Aus wässriger Lösung krystallisirt sie als eine weiche, aus gelbrothen Blättchen bestehende Masse.

Durch Erhitzen mit salzsaurer Zinnchlorürlösung wird die Azoxyloldisulfonsäure nicht in eine Hydrazoverbindung, sondern wieder in die Amidoxylsulfonsäure übergeführt.

#### 42. G. Salomon: Ueber das Paraxanthin, einen neuen Bestandtheil des normalen menschlichen Harns.

(Eingegangen am 30. Januar.)

Vor einiger Zeit habe ich bei einer Darstellung der Xanthinkörper des normalen menschlichen Harns eine neue Verbindung aufgefunden, der ich mit Rücksicht auf ihre nahe Verwandtschaft mit den bisher bekannten Gliedern der Xanthingruppe den Namen »Paraxanthin« beigelegt habe. In den Sitzungsberichten der Berliner physiologischen Gesellschaft (Arch. f. Physiologie von E. du Bois-Reymond, Jahr-