

löslich in Benzol und Eisessig, etwas weniger in Alkohol und Aether, die mehr substituirten dagegen sind in letzteren Lösungsmitteln so gut als unlöslich.

Gegen alkoholische Kalilauge verhalten sich die substituirten Benzyl- und *p*-Nitrobenzyläther wie die entsprechenden Anisole und Phenetole. Die einfach substituirten Derivate werden nicht verseift, charakterisiren sich also als Alkohol- oder Phenoläther, die zwei- und dreifach substituirten Derivate verhalten sich dagegen ganz wie Ester.

Wie noch aus der obigen Zusammenstellung hervorgeht, geben die *p*-Nitrobenzyläther beim Nitriren einheitliche Produkte, und zwar immer den  $\alpha$ -Dinitrophenyl-*p*-nitrobenzyläther, während die Benzyläther nicht krystallisirende, krümlige Massen liefern. Letztere dürften wohl ein Gemenge isomerer Nitrobenzyläther sein, wie sich auch die Nadeln mit dem Schmelzpunkt 168°, die ich aus dem *p*-Nitrophenylbenzyläther durch Nitriren erhielt, als eine isomere Verbindung, vielleicht als  $\alpha$ -Dinitrophenyl-*o*-Nitrobenzyläther, erweisen dürften.

Ich werde versuchen, mehr davon zu isoliren, und hoffe alsdann, Näheres darüber mittheilen zu können.

### 271. R. Anschütz: Ueber die Verwendung entwässerter Oxalsäure als Condensationsmittel.

[Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Bonn.]

(Eingegangen am 30. April.)

Die krystallisirte Oxalsäure verliert bei längerem Verweilen im Exsiccator oder beim Erhitzen auf 100° ihre zwei Moleküle Krystallwasser, die entwässerte Oxalsäure zieht an feuchter Luft begierig Wasser an. Bei der Oxalätherbildung nach Löwig wirkt die entwässerte Oxalsäure Wasser entziehend. Es fragte sich, ob die entwässerte Oxalsäure auch bei Condensationsreaktionen als Wasser entziehendes Reagens dienen konnte und bei welcher Temperatur die Wasser entziehende Wirkung der Oxalsäure zur Geltung kam.

#### 1. Benzaldehyd, Dimethylanilin und entwässerte Oxalsäure.

Erhitzt man in einem dickwandigen Reagensrohr, welches sich in einem Paraffinbad befindet, eine Lösung von 5 g Benzaldehyd in 11.5 g Dimethylanilin zwei Stunden auf 110° (Temperatur des Bades), so findet keine Veränderung statt. Setzt man dagegen 7.5 g entwässerte, gepulverte Oxalsäure zu und erhitzt die gleiche Zeit auf dieselbe Tem-

peratur unter beständigem Umrühren, so entsteht fast quantitativ Leukomalachitgrün.

## 2. Benzaldehyd, Diphenylamin und entwässerte Oxalsäure.

Es wurde in derselben Art wie vorher verfahren mit Anwendung von 6 g Diphenylamin, 3 g Benzaldehyd und 3 g entwässerter Oxalsäure. Die Temperatur des Paraffinbades stieg nicht über 105°. Das Erhitzen dauerte 1½ Stunde. Nach dem Erkalten wurde das hellgelbe, poröse Schmelzprodukt mit Wasserdampf behandelt, erst mit Wasser, dann mit Ammoniak ausgekocht und schliesslich in Benzol gelöst. Aus der Benzollösung fällt trockenes Salzsäuregas ein anfangs weisses, an der Luft sich grün färbendes Pulver, das salzsaure Salz des entstandenen Condensationsproduktes.

## 3. Benzaldehyd, Benzoldiphenylamin und entwässerte Oxalsäure.

Diese Substanzen liefern wie das Diphenylamin selbst, in quantitativer Ausbeute ein noch nicht näher untersuchtes Condensationsprodukt, das keine basischen Eigenschaften mehr zu haben scheint.

## 4. Phtalsäureanhydrid, Resorcin und Oxalsäure.

7 g Resorcin, 5 g Phtalsäureanhydrid und 3.5 g Oxalsäure gaben nach 10stündigem Erhitzen auf 110—117° 2.3 g Fluoresceïn.

Aus diesen Versuchsergebnissen folgt, dass die entwässerte Oxalsäure bei einer Temperatur Wasser entziehend wirkt, bei der sie für sich erhitzt, ihr Krystallwasser vollkommen verliert. Natürlich kann das in Folge der Condensation abgespaltene Wasser bei der Condensationstemperatur nicht mit der Oxalsäure verbunden bleiben, es entweicht, und bei den beiden ersten Reaktionen, bei welchen die Condensation relativ rasch verläuft, sieht man bald nach Zusatz der Oxalsäure Wassertröpfchen im kälteren Theile der Röhre auftreten. Nach Beendigung der Reaction kann die verwendete Oxalsäure quantitativ wiedergewonnen werden.

Diese Untersuchungen werden fortgesetzt.

Bei einigen der beschriebenen Versuchen bin ich Herrn Gibbons für seine eifrige und ausdauernde Hilfe zu bestem Dank verpflichtet.

Bonn, den 19. April.