

besonders interessante Resultate verspricht. Condensationen des Ortho-nitrozimtaldehyds mit Aceton, Brenztraubensäure u. s. w., sollen versucht werden, der Perkin'schen Reaction ist derselbe schon mit Erfolg unterworfen worden, auch auf den Zimtaldehyd wird diese Untersuchung ausgedehnt.

München, den 12. August 1884.

469. A. Reuter: Zur analytischen Bestimmung der drei Xylole des Steinkohlentheeröls.

(Eingegangen am 14. August.)

Einige Beobachtungen über das Verhalten der drei Xylole gegen Salpetersäure und Schwefelsäure lassen mir die Zulässigkeit einer approximativen Werthbestimmung des Xylols im Steinkohlentheer, wie sie von Iw. Lewinstein (diese Berichte XVII, 444) angewandt, zweifelhaft erscheinen. Sie mögen hier folgen:

Die Arbeiten von Brückner (diese Berichte IX, 406), Wroblewsky (diese Berichte XII, 1226), Ador und Rilliet (diese Berichte XII, 2300) zeigen, dass man ganz reines Metaxylole durch Behandlung der Xylole mit verdünnter Salpetersäure nicht erhält, auch wenn man, wie die beiden Letztgenannten, durch das gereinigte metaxylolesulfosaure Natron hindurchgegangen. Lewinstein wendet zur Entfernung des Ortho- und Paraxylole aus dem Rohxylole bedeutend stärkere Salpetersäure an. In diesem Falle wird aber das Metaxylole angegriffen. Ich kann eine Salpetersäure von der angegebenen Concentration direkt zur Darstellung der Metatoluylsäure empfehlen. Die Ausbeute ist befriedigend und man umgeht das lästige Arbeiten mit Salpetersäure bei 130—150°, wie es von Brückner und Ador und Rilliet ausgeführt. Aus gereinigtem metaxylolesulfosaurem Natron dargestelltes Metaxylole kocht man mehrere Stunden mit dem gleichen Volumen Salpetersäure (2 Volumen Säure vom specifischen Gewicht 1.4 mit 3 Volumen Wasser verdünnt). Man bläst den unangegriffenen Kohlenwasserstoff im Dampfstrom ab, bis der Kolbenrückstand schwerer als Wasser. Reinigt man nun in bekannter Weise den Kohlenwasserstoff von mitgerissenen Nitroprodukten und Säuren, die freilich schon grösstentheils Metaxyloleprodukte sind, so erhält man leicht ein innerhalb eines Grades siedendes Metaxylole. Dies habe ich nun mit Salpetersäure von oben erwähnter Concentration behandelt, das oben stehende Oel im Dampfstrom destillirt, bis der Rückstand schwerer als Wasser, das Uebergegangene wieder mit der ursprünglichen Sal-

petersäure, welche wieder auf die alte Concentration gebracht war, behandelt. Wenige Operationen genügten, 1 kg Metaxylyl in eine fast ganz erstarrende Masse zu verwandeln. Soda entzieht derselben eine grosse Menge Säure; das restirende Oel giebt an saures schweflig-saures Natron einen Aldehyd ab. Reducirt giebt es sehr wenig Xylidin neben nicht weiter untersuchtem Oel, das ich für Tolyalkohol halte. Die von Nitroprodukten befreite, ins Kalksalz übergeführte Säure schied sich daraus körnig aus, zeigte den Schmelzpunkt 108° . Da mir Vergleichsobjekte fehlten, war Hr. Prof. Jacobsen so gütig, eine ihm zugesandte Probe der bei 108° schmelzenden Rohsäuren zu untersuchen. Es ist eine durch einmaliges Ueberführen ins Kalksalz auf den Schmelzpunkt 110.5° zu bringende Metatoluylsäure. Isophtalsäure, wie sie von Brückner bei Anwendung von Druck beobachtet, tritt unter den von mir innegehaltenen Bedingungen nicht auf. Hieraus folgt, dass durch sehr verdünnte Salpetersäure die Isomeren aus Metaxylyl nicht vollständig entfernt werden, concentrirtere Salpetersäure aber Metaxylyl, wenn auch langsamer als die beiden anderen Xylole, angreift. Aehnlich verhält sich in Bezug auf Trennung der Xylole concentrirte Schwefelsäure. Paraxylyl wird schon von gewöhnlicher Schwefelsäure, wenn auch bedeutend schwerer als seine Isomeren, angegriffen. Ein Gehalt der Rohxylole an Xyloparaffin erhöht die Widerstandsfähigkeit auch der Isomeren ganz erheblich, trotzdem habe ich Paraxylyl kilowise mit Anwendung gewöhnlicher Schwefelsäure erhalten. Freilich lassen sich die letzten Mengen Paraxylyl, immer noch begleitet von geringen Mengen der Isomeren, dem Xyloparaffin nur mit einem grossen Ueberschuss rauchender Schwefelsäure vollständig entziehen.

470. Ch. Ris: Ueber das Phenyl- β -naphtracridin.

(Eingegangen am 15. August.)

Wie aus einer vor etlichen Monaten erschienenen kurzen Mittheilung¹⁾ des Hrn. Dr. Weber und von mir sich ergibt, waren wir mit dem Studium von Derivaten des β -Dinaphtylamins beschäftigt. Durch veränderte Lebensstellung ist Hr. Dr. Weber veranlasst worden, von der Untersuchung zurückzutreten; ich habe dieselbe fortgesetzt.

Die Abhandlung der HHrn. Claus und Richter²⁾ u. a. über das Phenyl-di- β -naphtracridin, welche diesen Körper sowohl aus dem Ben-

¹⁾ Diese Berichte XVII, 197.

²⁾ Diese Berichte XVII, 1595.