

und wieder erstarren liess, schien es auch krystallinisch zu werden. Diese Versuche sollen wiederholt werden.

Ebenso ist beabsichtigt, festes *m*-Kresol in solcher Reinheit und in ausreichender Menge herzustellen, dass sein Schmelzpunkt und sein Siedepunkt genau bestimmt werden können. Auch die interessante Beobachtung, dass *m*-Kresol durch Phenol zum Krystallisiren gebracht wird, soll näher verfolgt werden.

Es ist zu erwarten, dass noch mehrere dormalen für flüssig gehaltene Phenole auf ähnlichem Wege in Krystalle verwandelt werden können, wobei ohne Zweifel die Strukturverwandschaft des krystallisirenden und des die Krystallisation erregenden Körpers eine Rolle spielen wird. Versuche in dieser Richtung sind beabsichtigt¹⁾.

Diese kurze und vorläufige Notiz habe ich geglaubt veröffentlichen zu sollen, weil ich voraussetzte, dass namentlich denjenigen Chemikern, welche sich mit *m*-Kresol beschäftigt haben, eine recht baldige Bekanntschaft mit den wahren Eigenschaften dieses Körpers nur erwünscht sein kann.

Darmstadt, den 24. December 1885.

675. G. Ciamician und P. Magnaghi: Ueber die Einwirkung von Phosphorpentachlorid auf Alloxan.

(Eingegangen am 28. December.)

Vor einiger Zeit hat der Eine von uns in Gemeinschaft mit Hrn. Dr. Silber²⁾ aus dem Bichlormaleïnimid durch Behandlung mit Phosphorpentachlorid³⁾ das Tetrachlorpyrrol (C_4Cl_4NH) erhalten können, und seit jener Zeit wurden von uns verschiedene gechlorte und nicht gechlorte Imide der gleichen Behandlung unterworfen, indessen ohne dass dieselbe bis jetzt zu dankenswerthen Resultaten geführt hätte.

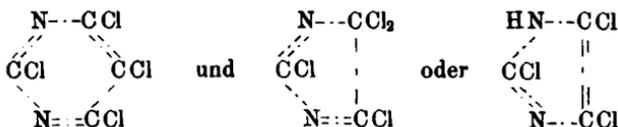
Im verflossenen Frühjahr haben wir versucht, diese Reaction auf einige Körper der Harnsäurereihe auszudehnen, in der Absicht, ge-

¹⁾ Die vorliegende Mittheilung will ich durch Anführung einer Beobachtung ergänzen, welche ich vor längerer Zeit gemacht habe. Es ist mir seiner Zeit gelungen, das von mir und H. Reinhardt zuerst dargestellte Aethylacetanilid, welches sich in einem hartnäckigen Ueberschmelzungszustand befand, durch ein Stäubchen von Methylacetanilid zum sofortigen Krystallisiren zu bringen.

²⁾ Diese Berichte XVI, 2397; XVII, 553.

³⁾ Nach der bekannten Wallach'schen Reaction.

chlorte, sauerstofffreie Basen mit zwei Stickstoffatomen zu erhalten, nachdem es auf diesem Wege E. Fischer¹⁾ gelungen war, solche Körper aus der methylierten Harnsäure zu bekommen. Wir haben unser Augenmerk auf das Alloxan und die Parabansäure gerichtet, um zu Körpern von den Formeln:



zu gelangen, von welchen der erste als Tetrachlorpyrimidin nach der von Pinner²⁾ vorgeschlagenen Bezeichnungswiese aufzufassen, der zweite hingegen den neulich von Knorr³⁾ entdeckten Pyrazol-derivaten an die Seite zu stellen wäre, obwohl die Lage der zwei Stickstoffatome hier eine andere ist.

Unsere Versuche, die wir mit dem Alloxan begonnen hatten, mussten indessen damals wegen anderer Arbeiten unterbrochen werden, so dass wir sie erst beim Beginne des neuen Studienjahres wieder aufgenommen haben. Während dieser Zeit ist die treffliche Arbeit Behrend's⁴⁾ erschienen, in welcher dieser Forscher einen aus dem Methyluracil durch Einwirkung von Pentachlorphosphor erhaltenen Körper von der Formel $\text{C}_4\text{Cl}_3\text{N}_2\text{CH}_3$ beschreibt, welcher somit als ein Trichlormethylpyrimidin zu betrachten ist. Wir glauben jedoch, dass die vorliegende Arbeit nicht als ein Eingriff in das Untersuchungsgebiet Behrend's betrachtet werden kann, und erlauben uns daher, die von uns bisher erhaltenen Resultate der Gesellschaft mitzuthemen.

Ohne hier aller Versuche gedenken zu wollen, die wir angestellt haben, um die Bedingungen herauszufinden, unter welchen die Reaction am besten in dem erwarteten Sinne gelingt, wollen wir gleich den Weg angeben, der uns am leichtesten zur Darstellung des Körpers $\text{C}_4\text{Cl}_4\text{N}_2$ geführt hat.

Man erhitzt während ungefähr 8 Stunden 4 g bei 100° getrocknetes Alloxan mit 24 Theilen Phosphorpentachlorid und 20 Theilen Phosphor-oxychlorid in einem zugeschmolzenen Rohr auf 120—130°. Nach dem Erkalten stellt der Röhreninhalt eine gelbe Flüssigkeit dar, in welcher zuweilen farblose Krystalle enthalten sind, die wir noch

¹⁾ Diese Berichte XVII, 1787.

²⁾ Diese Berichte XVIII, 760.

³⁾ Diese Berichte XVIII, 311, 931, 2256.

⁴⁾ Versuche zur Synthese von Körpern der Harnsäurereihe. Ann. Chem. Pharm. 229, 25.

nicht untersucht haben. Beim Oeffnen der Röhren entweicht in Strömen Chlorwasserstoffgas und dasselbe erfolgt beim Abdestilliren des Phosphoroxchlorids aus dem Oelbade. Die Destillation wird unterbrochen, wenn das Thermometer über 110° zu steigen beginnt. Der Rückstand ist ein dunkles, gelbbraunes Oel, welches bei guter Eiskühlung in viel Wasser gegossen wird. Ohne auf die sich dabei ausscheidende gelblichweisse, amorphe Masse Rücksicht zu nehmen, wird das ganze mit Wasserdämpfen destillirt. Es geht alsbald ein farbloses Oel über, welches bereits im Kühlerrohr zu einer weissen Krystallmasse von penetrantem kampferähnlichem Geruch erstarrt. Dieselbe wird vom überdestillirten Wasser abfiltrirt und aus heissem, verdünntem Alkohol umkrystallisirt. Beim Erkalten scheiden sich farblose, perlmutterglänzende Blättchen aus, welche bei $67-68^{\circ}$ schmelzen und bei der Analyse folgende Zahlen lieferten:

	Gefunden	Ber. für $C_4Cl_4N_2$
C	21.98	22.02 pCt.
H	0.23	— »
Cl	64.86	65.14 »
N	12.76	12.84 »
	<hr/> 99.83	<hr/> 100.00 pCt.

Der neue Körper ist somit sicher als das Tetrachlorpyrimidin zu betrachten und dürfte wahrscheinlich durch Reduction sich in Pyrimidin ($C_4H_4N_2$) verwandeln lassen.

Im Destillationskolben hinterbleibt neben wenig harzartiger Materie eine gelbe Lösung, welche einen anderen in Wasser leicht löslichen Körper zu enthalten scheint.

Die Versuche mit der Paraban- und Barbitursäure sind bereits im Gange, sowie die Reductionsversuche der erhaltenen Chlorverbindungen.

Rom, Istituto Chimico, 23. December 1885.