

Durch vorstehende Untersuchung ist Alanin zum ersten Male mit Sicherheit als Zersetzungsproduct eines Proteïd's nachgewiesen worden, während Leucin nicht auffindbar war.

Da die Proteïde in ihrem Verhalten gegen Reagentien, also in ihrer chemischen Constitution einander sehr nahe stehen, dürften mehrere derselben den Atomcomplex des Alanins enthalten.

Ich denke demnächst über die Zersetzungsproducte des Sericoïns zu berichten. Von denselben habe ich bereits Tyrosin und Glycocoll isolirt.

Organ. Laboratorium der technischen Hochschule zu Berlin.

271. Paul Tust: Ueber Tetrachlorbenzoësäure aus Tetrachlorphtalsäure.

(Eingegangen am 27. April.)

Zur Ergänzung meiner Abhandlung über Tetrachlorbenzoësäure aus Tetrachlorphtalsäure¹⁾, möchte ich noch einige seither mit dieser Chlorbenzoësäure vorgenommenen Versuche mittheilen.

Da zu erwarten war, dass dieselbe mit der von Claus und Bücher²⁾ aus (2.3) und (3.4)-Dichlorbenzoësäure durch Chloriren dargestellten Tetrachlorbenzoësäure identisch sein möchte, obwohl Claus und Bücher ihrer Säure einen beträchtlich niedrigeren Schmelzpunkt (165⁰) zuweisen, als ich für die meinige gefunden (186⁰), so habe ich von meiner Säure noch das Barytsalz dargestellt, um seine Eigenschaften mit denen des von Claus und Bücher erhaltenen Baryumsalzes zu vergleichen. In der That verhalten sich beide Baryumsalze ganz gleich.

Tetrachlorbenzoësaurer Baryt ($C_6HCl_4CO_2$)₂Ba + 3½ Aq fällt beim Versetzen einer wässrigen Lösung von tetrachlorbenzoësauerm Ammoniak mit Chlorbaryumlösung sofort aus. In heissem Wasser ist es ziemlich leicht löslich und krystallisirt daraus beim langsamen Erkalten, ganz wie Claus und Bücher angeben, in hübschen farblosen, sternförmig gruppirten Nadeln, die an der Luft schnell verwittern. In Folge dessen ist es nicht ganz leicht, das Salz gerade

¹⁾ Diese Berichte XX, 2439.

²⁾ Diese Berichte XX, 1627.

genau lufttrocken zu erhalten. Hierfür wurde das Baryumsalz auf Fliesspapier abgetrocknet und auf erneutem trocknen Papier ungefähr 1 Stunde liegen gelassen.

Die bei 130° C. ausgeführte Krystallwasserbestimmung ergab:

	Gefunden	Ber. für $(C_6HCl_4CO_2)_2Ba + 3\frac{1}{2} Aq$
H ₂ O	8.68	8.77 pCt.

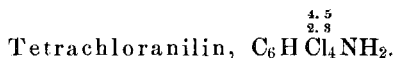
Die entwässerte Substanz enthielt

	Gefunden	Ber. für $(C_6HCl_4CO_2)_2Ba$
Ba	20.52	20.91 pCt.

Das Baryumsalz verliert sein Wasser auch bereits im Exsiccator, wenn auch nicht ganz vollkommen. Nach 14 tägigem Verweilen im Exsiccator wurde noch 1.39 pCt. Wasser ($\frac{1}{2}$ Molekül Wasser, berechnet 1.37 pCt.) gefunden.

Das vorstehende Verhalten passt genau zu der Schilderung des Baryumsalzes von Claus und Bücher. Vielleicht finden Claus und Bücher bei erneuter Untersuchung auch den Schmelzpunkt ihrer Säure noch höher, der möglicherweise durch seiner Darstellungsart nach ihrem Präparat noch beigemischte Tri- und Pentachlorbenzoësäure herabgedrückt war. Dann dürfte ihre Säure mit der meinigen identisch sein, während a priori kein Grund vorliegt, wie dies Claus und Bücher anzunehmen scheinen, dass ihre Säure, weil sie aus (2. 3) und (3. 4). Dichlorbenzoësäure entsteht, alle vier Chloratome benachbart haben müsste.

Aus der durch Nitriren der Tetrachlorbenzoësäure und Reduciren der so entstandenen Nitrotetrachlorbenzoësäure erhaltenen Tetrachloranthranilsäure habe ich ferner durch Kohlensäureabspaltung Tetrachloranilin dargestellt.



Tetrachloranthranilsäure wurde mit dem vierfachen Gewichte Eisessig etwa 5 Stunden im Rohre bei 280 — 300° C. erhitzt. Beim Oeffnen des Rohres entwich heftig Kohlensäure. Der dunkle Rohrinhalt wurde in einem geräumigen Kolben mit Alkali übersättigt und das gebildete Tetrachloranilin mit Wasserdämpfen überdestillirt. Dasselbe ist mit Wasserdämpfen sehr leicht flüchtig und scheidet sich in der Vorlage als weisse krystallinische Masse aus.

Aus Ligroïn umkrystallisirt erhält man es in glänzenden sternförmig gruppirten Nadeln, welche leicht in Alkohol, Aether, Benzol und Eisessig, etwas schwerer in Ligroïn löslich sind. Sie schmelzen bei 118° C.

Die Ausbeute war sehr mangelhaft, 65 g Tetrachloranthranilsäure gaben nur 9 g Tetrachloranilin.

	Gefunden	Ber. für $C_6HCl_4NH_2$
C	31.29	31.16 pCt.
H	1.43	1.29 »
Cl	61.71	61.47 »
N	6.22	6.06 »

Dieselben Eigenschaften zeigt das von Beilstein und Kurbatow¹⁾ durch Reduction von Nitrotetrachlorbenzol dargestellte Tetrachloranilin, dem die Entdecker auch bereits die Constitution $NH_2 : Cl_4 = 1 : 2 : 3 : 4 : 5$ zuschreiben. Diese Constitution wird durch die neue Bildungsweise der Verbindung bestätigt.

Tetrachloracetanilid, $C_6HCl_4.NH.CO.CH_3$ in bekannter Weise dargestellt, bildet aus Eisessig krystallisirt, farblose glänzende Nadeln, die bei 154° schmelzen und in Eisessig, Alkohol und Aether leicht löslich sind.

	Gefunden	Ber. für $C_6HCl_4NH.CO.CH_3$
C	35.31	35.09 pCt.
H	2.45	1.83 »

Organisches Laboratorium der Techn. Hochschule zu Berlin.

272. St. Niementowski: Ueber die *m*-homo-Anthranilsäure und ihre Derivate.

(Eingegangen am 24. April.)

Von den einfachsten Abkömmlingen der Benzoësäure gehört die Anthranilsäure zu den bestens untersuchten Körpern. Anders ist die Sachlage in der Reihe des Toluols. Von den vier theoretisch möglichen *o*-Amidotoluylsäuren ist bis jetzt meines Wissens nur eine einzige genauer bekannt — es ist dies die sogen. *p*-homo-Anthranilsäure von Jacobsen²⁾ und Panaotovic³⁾.

Vor einiger Zeit habe ich versucht durch die Reduction des *o*-Amido-*p*-Tolunitrils (1) $CH_3.C_6H_3.(3)NH_2.(4)CN$, *o*-Amido-*p*-Tolylamin (1) $CH_3.C_6H_3.(3)NH_2.(4)CH_2NH_2$ zu gewinnen. Von

¹⁾ Ann. Chem. Pharm. 196, 237.

²⁾ O. Jacobsen, diese Berichte XIV, 2354.

³⁾ W. Panaotovic, Journ. für prakt. Chem. [III.] 33, 62.