

Zur ferneren Controlle der Zusammensetzung wurden zwei quantitative Verseifungsversuche angestellt, in denen die Acetylverbindung durch Digestion mit alkoholischer Kalilauge auf dem Wasserbade zersetzt, und nach dem Verdünnen mit viel Wasser durch Ansäuern das Phenol gefällt wurde. Letzteres wurde auf einem gewogenen Filter gesammelt und bei 120 — 130^o getrocknet. Es wurden die folgenden Resultate erhalten:

Berechnet	Gefunden	
	I.	II.
85.17	84.14	84.35 pCt.

Eine Diacetylverbindung würde 74.18 pCt. Phenol verlangen. — Die Moleculargewichts-Bestimmung nach Raoult in Eisessig ergab die Zahlen:

Berechnet	Gefunden	
	I.	II.
M 282	307	308

Die Acetylverbindung krystallisirt aus Alkohol in weissen flachen Nadeln, schmilzt bei 131—132^o, wird von heissem Alkohol sehr leicht, von Eisessig auch in der Kälte reichlich gelöst. Sie wird sehr leicht verseift; fügt man zu der warmen alkoholischen Lösung einen Tropfen Natronlauge, so tritt sofort die Fluorescenz des regenerirten Phenols auf. — Um zu prüfen, ob diese Monoacetylverbindung das Endproduct der Acetylierung sei, erhitzte ich eine Probe derselben mit Essigsäureanhydrid mehrere Stunden auf 190—200^o. Es trat keine Veränderung ein.

Göttingen, Universitäts-Laboratorium.

68. R. Hirsch: Ueber Diphenoläther und Dinitrodiphenoläther.

(Eingegangen am 5. Februar.)

Im Anschluss an zwei Publicationen¹⁾ will ich einige Verbindungen des Diphenols beschreiben, welche ich bereits vor einiger Zeit dargestellt habe.

Diphenol.

Diphenol wird leicht durch Zersetzung der stark schwefelsauren Lösung seiner Diazoverbindung erhalten. 50 g Benzidin werden in 60 ccm Salzsäure und einem Liter Wasser gelöst, die Lösung auf 5 L. verdünnt und mit 200 g Schwefelsäure versetzt. Bei allmählicher Zu-

¹⁾ Kunze, diese Berichte XXI, 3331 und Schütz, diese Berichte XXI, 3530.

gabe von 37 g Nitrit, gelöst in der 5 fachen Menge Wasser, löst sich das ausgeschiedene Benzidinsulfat auf; die klare Flüssigkeit wird durch eingeleiteten Dampf zum Sieden gebracht. Nach 20 Minuten ist die Zersetzung der Diazoverbindung vollständig; wird die siedende Lösung heiss filtrirt, so krystallisirt reines Diphenol beim Erkalten aus. Auf dem Filter bleibt weniger reines Diphenol und wenig Harz. Ausbeute 40—42 g.

Diphenoläthyläther.

20 g Diphenol, 12 g Kali, 35 g Jodäthyl, 150 g Alkohol werden zwei Stunden am Rückflusskühler gekocht. Die Bildung des Aethers erfolgt ganz glatt. Ein grosser Theil scheidet sich bereits während des Kochens in graugelben, kurzen Nadeln ab. Der Aether ist unlöslich in Wasser, schwer löslich in kaltem, nicht leicht in heissem Alkohol; ein gutes Lösungsmittel ist Eisessig, aus welchem er in Nadeln vom Schmelzpunkt 174—176° erhalten wird.

Dinitrodiphenoläthyläther.

10 g recht fein gepulverter Diphenoläthyläther wird in 30 g Eisessig aufgeschlämmt und mit 8 g Salpetersäure von 75 pCt. NO_3H , gelöst in 10 g Eisessig, versetzt. Nach 3 Stunden ist die Nitrirung vollständig; das abgesaugte und durch Waschen mit Alkohol gereinigte Nitroproduct lässt sich aus sehr viel Alkohol, besser aus Eisessig krystallisiren. Es schmilzt bei 192—193° und wird durch mehrstündiges Kochen mit alkoholischem Kali in Dinitrodiphenol verwandelt, identisch mit dem durch Nitrirung von Diphenol in Eisessig erhaltenen.

Das diesem Dinitrodiphenoläther entsprechende

Dianisidin

konnte ich durch Reduction mit Zinn und Salzsäure in wässriger oder alkoholischer Lösung nicht erhalten, da der Nitrokörper in beiden Agentien zu unlöslich ist. Dagegen genügte folgendes Verfahren dem Zwecke des Versuchs: Dinitrodiphenoläther (1 g) wird in der 10fachen Menge Eisessig unter Zugabe eines Cubikcentimeters Salzsäure mit Zinn so lange gekocht, bis Lösung eintritt, dann nach Zugabe von 5 ccm Salzsäure der grösste Theil der Essigsäure verdampft, das gelöste Zinn durch Einlegen einiger Zinkgrauen gefällt und die erhaltene Lösung mit salpetrigsaurem Natron diazotirt. Die Diazoverbindung reagirt auf Naphtol- und Naphtylaminsulfosäuren; die entstehenden Farbstoffe zeigen eine nur geringe Verwandtschaft zur Baumwollenfaser.

Kirkheaton near Huddersfield.