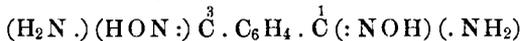


531. Georg Goldberg: Ueber Isophtalendiamidoxim.

[Aus dem I. Berl. Univ.-Laborat. DCCLXVII; vorgetragen in der Sitzung von Hrn. Tiemann.]

Als Ausgangsmaterial für die Darstellung des Isophtalendiamidoxims benutzte ich das *m*-Dicyanbenzol, das Nitril der Isophtalensäure. Ich bereitete dasselbe durch Destillation eines innigen Gemenges von benzol-*m*-disulfonsaurem Kalium mit der äquivalenten Menge reinen, aus Blausäure dargestellten Cyankaliums im luftverdünnten Raume. Man erhält die besten Ausbeuten, wenn man zu je einer Operation immer nur kleine Mengen (15—20 g) des Gemenges anwendet. Das *m*-Dicyanbenzol sublimirt in den Retortenhals und wird durch abermalige Sublimation sowie durch Umkrystallisiren aus Alkohol gereinigt. So dargestellt bildet es feine, bei 158—159° schmelzende Nadeln.

Isophtalendiamidoxim,



bildet sich, wenn man in alkoholischer Lösung 1 Mol. *m*-Dicyanbenzol mit etwas mehr als 2 Mol. Hydroxylamin längere Zeit in Verschlussflaschen bei Temperaturen bis 90° digerirt. Die Umwandlung geht nur langsam von Statten und die Ausbeuten an Diamidoxim sind nicht sehr befriedigende. Das Diamidoxim krystallisirt beim Einengen der alkoholischen Lösung aus und bildet, aus Alkohol umkrystallisirt, weisse Prismen, welche bei 193° unter Zersetzung schmelzen, sich leicht in heissem Wasser und Alkohol, aber schwer in Aether lösen und die bekannten charakteristischen Eigenschaften der Amidoxime zeigen. Die erwähnten Prismen enthalten Krystallwasser, wahrscheinlich nur 1/2 Molekül; sie verwittern schnell, weil das Krystallwasser schon beim Liegen an der Luft entweicht. Das Chlorhydrat des Isophtalendiamidoxims ist durch grosse Krystallisationsfähigkeit ausgezeichnet. Aus der wässerigen Lösung des salzsauren Salzes scheidet sich das Diamidoxim auf Zusatz von Natriumcarbonat in Krystallen erst wieder aus, nachdem man sie auf ein sehr geringes Volum eingedampft hat.

Elementaranalyse der bei 100° getrockneten Substanz:

	Theorie		Versuch	
			I.	II.
C ₈	96	49.48	49.83	—
H ₁₀	10	5.16	5.14	—
N ₄	56	28.87	—	28.69
O ₂	32	16.49	—	—
	194	100.00.		

Ich habe auf die eingehende Untersuchung dieses Diamidoxims verzichten müssen, weil es mir bislang nicht gelungen ist, dazu ausreichende Mengen von dem Körper darzustellen.

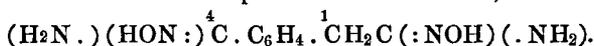
532. Emil Rosenthal: Ueber Homoterephtalendiamidoxim und Abkömmlinge desselben.

[Aus dem I. Berl. Univ.-Laborat. DCCLXVIII; vorgetragen in der Sitzung von Hrn. Tiemann.]

Als Ausgangsmaterial für die folgende Untersuchung diente das *p*-Cyanbenzylcyanid, welches nach den Angaben von Mellinghoff¹⁾ dargestellt wurde. Zu dem Ende führt man das *p*-Toluidin nach der Sandmeyer'schen Methode in *p*-Cyantoluol über, chlorirt das erhaltene Product in der Siedehitze und ersetzt das Chlor darauf durch Cyan. Die Ausbeute betrug aus 225 g *p*-Toluidin 50 g Dinitril.

Auf 1 Mol. dieses Dinitrils liess ich 3, 2 und 1 Mol. Hydroxylamin einwirken und erhielt dabei im ersten Fall Diamidoxim, in letzterem ein Monoamidoxim, und bei der Anwendung zweier Moleküle ein Gemenge beider Körper.

Homoterephtalendiamidoxim,



Behufs Darstellung dieser Verbindung wird die wässrige Lösung von 3 Molekülen Hydroxylaminchlorhydrat und der äquivalenten Menge Natriumcarbonat mit der Auflösung des Nitrils in Alkohol vermischt und die hellgelbe, klare Flüssigkeit einige Tage bei gewöhnlicher Temperatur in einer verstöpselten Flasche sich selbst überlassen. Das dabei gebildete Homoterephtalendiamidoxim scheidet sich theils aus, theils wird es aus der Mutterlauge durch Einengen und Abfiltriren der heissen Lösung von einem in grosser Menge auftretenden, harzigen Product gewonnen. Aus heissem Wasser wiederholt umkrystallisirt, zeigt der Körper unter dem Mikroskop die bekannte Krystallform der Amidoxime, schräg abgestumpfte Säulen. Er schmilzt bei 192° unter Zersetzung.

¹⁾ W. Mellinghoff, Inaugural-Dissertation. Berlin Juli 1889.