

Was die Salze der Succinaminsäure anbelangt, so konnten wir die Richtigkeit der von Teuchert (Ann. Chem. Pharm. 184, 139) und Landsberg (Ann. Chem. Pharm. 215, 200) angegebenen Daten bestätigen.

Wir möchten nur noch auf das sehr charakteristische succinamin-saure Baryum aufmerksam machen. Das aus der Säure mit kohlen-saurem Baryum dargestellte Salz zersetzt sich beim Eindampfen der wässerigen concentrirten Lösung in bernsteinsaures Baryum, während es in verdünnter Lösung beim Eindampfen weit beständiger ist. Im Vacuum eingeengt, erhält man das Baryumsalz als syrupöse Masse, welche aber nach mehrtägigem Stehen an der Luft in Warzen an-schiesst und schliesslich vollständig fest wird. Wird das Salz wieder in Wasser gelöst, so kann es durch überschüssigen Alkohol wieder ausgefällt werden, und zwar erhält man auf diese Weise aus der alko-holischen Flüssigkeit feine, verfilzte Krystallfitter, die für die Säure charakteristisch sind.

545. Hugo Eckenroth und A. Donner: Ueber *p*-Chloracet-toluid und *m-p*-Nitrochloracetoluid.

[Mittheilung aus dem chem. Laboratorium des Dr. Eckenroth in Ludwigs-hafen a. Rh.]

(Eingegangen am 11. November.)

p-Chloracetoluid.

Das Verhalten der Chloressigsäure zu *p*-Toluidin ist bereits unter verschiedenen Bedingungen studirt; die bisher erhaltenen Reactions-producte sind das *p*-Tolyglycin¹⁾, das Toluidinsalz der Diglycol-*p*-toluylamidsäure²⁾ und das Toluylglycocolloid³⁾. Letzteres wurde von P. Meyer durch Zusammenschmelzen von Chloressigsäure mit 2 Molekülen *p*-Toluidin und Aufnehmen der Schmelze mit heissem Wasser, welches das Toluylglycocolloid ungelöst lässt, dargestellt.

Einen anderen Verlauf der Reaction beobachteten wir, als wir das Verhältniss von *p*-Toluidin zu Chloressigsäure abänderten, indem wir 1 Molekül des ersteren mit 2 Molekülen Monochloressigsäure zu-

¹⁾ P. Meyer, diese Berichte VIII, 1158, und Schwebel, diese Be-richte X, 2047.

²⁾ P. Meyer, diese Berichte XIV, 1324.

³⁾ P. Meyer, diese Berichte VIII, 1161.

sammenschmolzen und 2 Stunden lang auf 80—90° C. erhitzten. Das eine röthlich gefärbte, syrupöse Masse darstellende Reactionsproduct erstarrte nach längerer Zeit zu einer krystallinischen Masse, welche beim Behandeln mit warmem Wasser einen in demselben unlöslichen Theil zurückliess. Derselbe wurde mit Wasser ausgewaschen und in heissem Alkohol gelöst; beim Erkalten schied sich eine gelblichweisse, krystallinische Substanz aus, welche bei 162° C. schmolz und sich in heissem Alkohol leicht löste. Die Eigenschaften dieses Körpers stimmten mit dem von Tommasi¹⁾ durch Einwirkung von Chloracetylchlorid auf *p*-Toluidin dargestellten *p*-Chloracettoluid,



überein; wir überzeugten uns des Weiteren von der Identität beider Körper durch eine nach Carius ausgeführte Chlorbestimmung, welche die nachstehenden Werthe ergab.

0.1440 g Substanz gaben 0.1140 g Chlorsilber, entsprechend 0.0282 g Chlor.

	Gefunden	Ber. für $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{NOCl}$
Cl	19.57	19.30 pCt.

Es sei hier noch erwähnt, dass bei der Darstellung des *p*-Chloracettoluids bei etwas höherer als der angegebenen Temperatur die Bildung eines zweiten in Wasser schwerlöslichen Körpers beobachtet wurde, welcher sich dem *p*-Chloracettoluid durch Behandeln mit verdünnter Kalilauge entziehen liess. Aus den alkalischen Filtraten fiel derselbe beim Ansäuern mit Salzsäure als weisser Niederschlag aus, welcher aus Alkohol in weissen, oberhalb 230° unter lebhafter Zersetzung schmelzenden Nadeln krystallisirte. Wir sind mit der Untersuchung dieses Körpers noch beschäftigt.

m-p-Nitrochloracettoluid.

Das *p*-Chloracettoluid verhält sich Salpetersäure gegenüber sehr reactionsfähig und lässt sich leicht in Nitroverbindungen überführen. Zu einer Mononitroverbindung gelangten wir auf folgendem Wege.

Fein gepulvertes *p*-Chloracettoluid wurde in die mehrfache Menge Salpetersäure vom spec. Gewicht 1.40 eingetragen und die Mischung 1 1/2 Stunden unter öfterem Umschwenken stehen gelassen. Hierbei trat zunächst Lösung ein; bald darauf aber begann sich ein aus gelben Nadelchen bestehender Niederschlag abzuscheiden, so dass nach Beendigung der Reaction die Mischung in einen Krystallbrei verwandelt war. Der Niederschlag wurde gesammelt, mit Wasser ausgewaschen und aus Alkohol umkrystallisirt. Die so behandelte Verbindung stellte schöne, gelbe Nadeln dar, welche bei 122° C. schmolzen. Die Verbindung ist schwer löslich in kaltem Wasser, leichter in heissem, aus

¹⁾ Bulletin 19, 400.

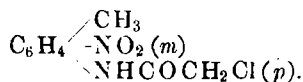
welchem sie beim Erkalten in kurzen Nadeln krystallisirt, löslich in Alkohol und Aether. Mit Wasserdampf ist sie unzersetzt flüchtig. Wie die nach Carius ausgeführte Chlorbestimmung ergab, stellt der Körper die Mononitroverbindung des Chloracetylloids dar.

0.1998 g Substanz gaben 0.1248 g Chlorsilber, entsprechend 0.03086 g Chlor.

	Gefunden	Ber. für $C_9H_9N_2O_3Cl$
Cl	15.44	15.48 pCt.

Um die Stellung der Nitrogruppe festzustellen, versuchten wir, die Chloracetylgruppe abzuspalten; es musste alsdann ein Nitro-*p*-toluidin von bekannter Constitution entstehen. Zu diesem Zwecke lösten wir die Verbindung in Alkohol und fügten zu der siedenden alkoholischen Lösung etwas mehr als die berechnete Menge Kalilauge hinzu. Sofort trat ein Farbumschlag in Braunroth ein, und aus der Lösung schied sich beim Verdünnen mit Wasser ein gelbrother Niederschlag aus, welcher aus Alkohol in säulenförmigen bei 114° C. schmelzenden Krystallen sich ausschied. Durch seinen Schmelzpunkt sowie seine sonstigen physikalischen Eigenschaften wurde die Verbindung als *m-p*-Nitrotoluidin erkannt.

Die im Vorigen beschriebene Nitroverbindung des Chloracetylloids ist demnach als *m-p*-Nitrochloracetylloid zu bezeichnen und besitzt die folgende Constitution:



Wir beabsichtigen, noch weitere Versuche über die Einwirkung von Chloressigsäure auf *p*-Toluidin, sowie über Derivate des *p*-Chloracetylloids anzustellen und möchten uns daher dieses Gebiet für einige Zeit vorbehalten.

546. A. Biedermann und R. Lepetit: Ueber die Indigo-synthese aus Anilidoessigsäure.

(Eingegangen am 12. November.)

Ein Artikel von Prof. Dr. Heumann im letzten Heft dieser Zeitschrift über »Neue Synthesen des Indigo und verwandter Farbstoffe« ¹⁾ veranlasst uns, eine Mittheilung über einige Versuche zu machen, die wir seit August in derselben Richtung eingeschlagen und die uns ebenfalls zum Ziele geführt hatten.

¹⁾ Diese Berichte XXIII, 3043.