

wurden. Die aus heissem Alkohol umkrystallisirte Verbindung ergab bei der Analyse folgende Zahlen:

	Gefunden		Ber. für $C_{15}H_{11}N_3O_2$
N	15.93	15.90	15.85 pCt.

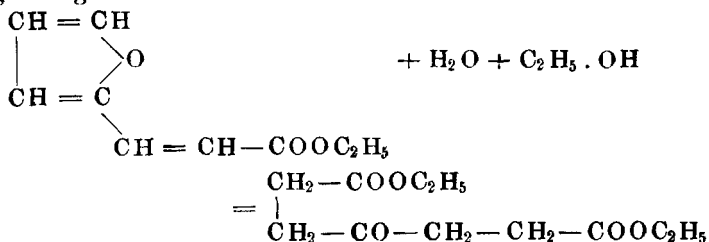
Die Azoverbindung schmilzt bei 166° ; sie ist leicht löslich in Aether, Eisessig und heissem Alkohol; aus letzterem scheidet sie sich beim Erkalten in orangegelben feinen Prismen ab. In wässrigen Alkalien ist sie nicht direct löslich; löst man sie aber zuvor in Alkohol und fügt Natronlauge hinzu, so kann die gelbe Lösung beliebig mit Wasser verdünnt werden, ohne dass sich der Körper abscheidet; erst durch Zusatz von Essigsäure wird er als feinkrystallinischer gelber Niederschlag wieder gefällt.

23. L. Claisen: Notiz über die Darstellung von Furfuracrylsäureäther.

[Mittheilung aus dem chem. Laboratorium der königl. Akademie der Wissenschaften zu München.]

(Eingegangen am 10. Januar.)

Der Furfuracrylsäureäther kann nicht oder nur schwierig aus der freien Furfuracrylsäure nach den gewöhnlichen Methoden der Aetherificirung erhalten werden, da nach einer interessanten Beobachtung Marckwald's ¹⁾ hierbei der Furfurankern durch Addition von Wasser und Alkohol geöffnet und der Diäthyläther der Acetondiessigsäure gebildet wird:



¹⁾ Marckwald, diese Berichte XX, 2813 u. XXI, 1398. Vergl. auch Volhard, Ann. Chem. Pharm. 253, 235. Der Aethyläther entsteht in geringer Menge beim Erhitzen von Furfuracrylsäure mit Alkohol und Schwefelsäure; der Methyläther wurde von Gibson und Kahnweiler (Americ. Chem. Journ. XII, 315) aus furfuracrylsaurem Silber und Jodmethyl dargestellt.

Sehr leicht kann dagegen Furfuracrylsäureäther nach einem ähnlichen Verfahren gewonnen werden, wie ich es vor Kurzem¹⁾ für die Darstellung des Zimmtsäureäthers in Anwendung gebracht habe. Zu überschüssigem reinem Essigäther (etwa 6 Moleküle) bringt man unter Eiskühlung drahtförmiges Natrium (1 Atom) und lässt die berechnete Menge (1 Molekül) Furfurol allmählich zutropfen, indem man durch fortgesetztes Kühlen und öfteres Umschwenken des Kolbens den Eintritt einer lebhafteren Reaction möglichst zu vermeiden sucht. Wenn alles Natrium verschwunden ist, lässt man die dunkelbraun gefärbte Mischung noch einige Stunden bei gewöhnlicher Temperatur stehen, fügt dann die äquivalente Menge Eisessig (1 Molekül) und darauf Wasser hinzu. Die aufschwimmende Schicht wird abgehoben, mit Sodalösung gewaschen und mit Chlorcalcium getrocknet. Durch 2—3maliges Destilliren erhält man den Furfuracrylsäureäther als ein schwachgelbliches Oel, welches ohne Zersetzung bei 233—235°²⁾ siedet. Die Ausbeute an einmal destillirtem Aether (Sdp. 228—235°) betrug 25 g aus 40 g Furfurol.

Die aus dem Aether durch Verseifung dargestellte Säure schmolz, in Uebereinstimmung mit den Angaben von Marckwald, Jaffé und Cohn³⁾, bei 139—140° und ergab bei der Analyse folgende Zahlen:

	Gefunden	Berechnet für C ₇ H ₆ O ₃
C	60.68	60.87 pCt.
H	4.52	4.35 »

Noch mag bemerkt werden, dass Condensationen der vorbeschriebenen Art sich glatt nur beim Essigäther vollziehen und dass bei dessen Homologen die Ausbeute in dem Maasse abnimmt, wie das Moleculargewicht der betreffenden Säure steigt.

24. B. Ebert und Ed. Kleiner: Ueber Disulphydrate und Dirhodanate des Naphtalins.

(Eingegangen am 10. Januar.)

Mit dem Studium der aus den Disulfonsäuren (resp. aus ihren Dichloriden) des Naphtalins sich ableitenden Disulphydrate und Dirhodanate beschäftigt, bemerke ich, dass sich im Heft No. 12 dieser Berichte XXIII eine Abhandlung von L. Grosjean befindet (p. 2370), die die Darstellung des α -Disulphydrates enthält, und veranlasst mich

¹⁾ L. Claison, diese Berichte XXIII. 976.

²⁾ Nach Marckwald bei 228—230°; diese Berichte XXI, 1404.

³⁾ Diese Berichte XX, 2316 u. 2812.