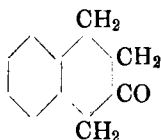


292. Eug. Bamberger und A. Voss: Ueber Ketotetrahydronaphtalin.

(Eingegangen am 14. Juni.)

Der Eine von uns hat unlängst in Gemeinschaft mit W. Lodter ¹⁾ gezeigt, dass das Tetrahydronaphtylenchlorhydrin, C_6H_4 $\begin{matrix} < CH_2 \cdot CH \cdot Cl \\ < CH_2 \cdot CH \cdot OH \end{matrix}$ unter der Einwirkung alkalischer Agentien eine ganze Reihe alicyclischer Hydronaphtalinderivate liefert, unter welchen auch der in der Ueberschrift bezeichnete, schon vor etwa 4 Jahren dargestellte Körper



kurz erwähnt wurde. Wir haben denselben inzwischen in etwas grösserer Menge dargestellt und können folgende Angaben über seine Darstellungsweise und Eigenschaften als Nachtrag hinzufügen.

Er bildet sich aus dem Chlorhydrin, wenn man zur Eliminirung der Elemente der Salzsäure sehr schwach alkalische Agentien verwendet. Wir haben ihn sowohl mittels Chinolin als auch mittels Magnesiumcarbonat erhalten, über welches das Tetrahydronaphtylenchlorhydrin im luftverdünnten Raum destillirt wurde. In beiden Fällen sind die Ausbeuten wenig befriedigend.

Das erfrischend ketonartig riechende Ketotetrahydronaphtalin bildet ein vollkommen farbloses, stark lichtbrechendes Oel, welches in einer Mischung von Eis und Kochsalz zu einer weissen, glänzenden Krystallmasse erstarrt, die sich bei 18° wieder verflüssigt. Auf Einsaat eines Kryställchens der nämlichen Substanz wird das Keton schon bei +17° fest. Es ist leicht mit Wasserdampf flüchtig und siedet unter einem Druck von 16 mm scharf bei 138°. Bei Atmosphärendruck destillirt es nur zum Theil unzersetzt (bei ungefähr 230 bis 240° ²⁾); ein beträchtlicher Antheil spaltet sich in Naphtalin und Wasser:



Mit Natriumbisulfidlösung geschüttelt erstarrt es zu fettglänzenden, weissen, in Wasser leicht löslichen Blättchen einer Doppelverbindung von der Formel $C_{10}H_{10}ONaHSO_3$.

¹⁾ Diese Berichte 26, 1833.

²⁾ Wegen der theilweisen Zersetzung ist der Siedepunkt unter atmosphärischem Druck nicht scharf bestimmbar.

Das Phenylhydrazon, $C_6H_4 \begin{matrix} CH_2 \cdot CH_2 \\ \cdot \\ CH_2 \cdot \dot{C} : N_2HC_6H_5, \end{matrix}$ scheidet sich fast momentan unter Selbsterwärmung aus, wenn man die alkoholische Lösung des Ketons mit der äquivalenten Menge Phenylhydrazin versetzt. Es bildet atlasglänzende, weisse Schüppchen vom Schmelzpunkt $107.5-108^\circ$, welche dem Sonnenlicht ausgesetzt äusserst schnell eine gelbe, dann braune Farbe annehmen und in diesem Zustand einen wesentlich niedrigeren Schmelzpunkt zeigen. Sie sind in Aether, Benzol, Chloroform und kochendem Alkohol leicht, schwer in kaltem Alkohol, sehr wenig in Ligroïn löslich und zeigen die Bülow'sche Reaction.

Das Oxim, von der Formel $C_6H_4 \begin{matrix} CH_2 \cdot CH_2 \\ \cdot \\ CH_2 \cdot \dot{C} : NOH, \end{matrix}$ scheidet sich schon nach wenigen Minuten in körnigen Krystallklümpchen aus, wenn man das Keton mit der äquivalenten Menge einer wässrigen Hydroxylaminlösung (aus salzsaurem Salz und Soda bereitet) kräftig durchschüttelt. Es krystallisirt aus verdünntem Alkohol oder einem Gemisch von Benzol und Ligroïn in radial angeordneten, seideglänzenden Nadeln vom Schmelzpunkt $87.5-88^\circ$.

Zürich. Chem.-analyt. Laborat. des eidgenöss. Polytechnicums.

293. Eug. Bamberger: Ueber das Phenylhydroxylamin.

[II. Mittheilung über alkylirte Hydroxylamine.]

(Eingegangen am 14. Juni.)

Aus hier nicht zu erörternden Gründen habe ich kürzlich¹⁾ Versuche über die Reduction des Nitroso- und Nitrobenzols nur in Form eines kurzen Resumés mitgetheilt; ich lasse heute die experimentellen Angaben — vermehrt um einige inzwischen gemachte und später zu vervollständigende Beobachtungen — nachfolgen.

Darstellung und Eigenschaften des β -Phenylhydroxylamins.

Ein so einfacher Vorgang die Reduction des Nitrobenzols zum Phenylhydroxylamin auch ist, so sehr hängt das gute Gelingen von der Einhaltung verschiedener Versuchsbedingungen ab. Mengenverhältnisse von Nitrobenzol, Zinkstaub und Wasser, Reaktionsdauer, Qualität des Zinkstaubs²⁾ und selbst die Intensität des Kochens sind

¹⁾ Diese Berichte 27, 1347.

²⁾ Es kommt natürlich in erster Linie auf den Gehalt an Zink an; derjenige, auf welchen sich die im Text gegebene Vorschrift und Ausbeute bezieht, enthielt — wie die Messung des äquivalenten Wasserstoffvolumens im Lunge'schen Nitrometer ergab — 66.9 pCt. Aber auch die physikalische