

636. H. Reitter: Zur Kenntniss der Akonsäure.

(Vorläufige Mittheilung.)

[Vorläufige Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium der Universität Bonn.]

(Eingegangen am 20. December.)

Veranlassung zu dieser kurzen Mittheilung bieten mir die Betrachtungen, welche W. Wislicenus¹⁾ über die Beziehungen der Akonsäure zu dem von ihm kürzlich als »Formylbernsteinsäureester« aufgefassten Körper anstellt. Ich bin bereits seit längerer Zeit mit dem Studium der Akonsäure beschäftigt, habe jedoch wegen der nicht gerade leichten Beschaffung grösserer Mengen des Ausgangsmaterials meine Versuche noch nicht zum Abschluss bringen können. Es sei also vorläufig hier nur bemerkt, dass ich hoffte, durch Einwirkung von Phenylhydrazin auf Akonsäure und ihren Methylester zu Hydrazinderivaten zu gelangen, welche sich von dem niedrigeren Homologen des von W. Wislicenus untersuchten Oxyitakonsäureäthylesters (Formylbernsteinsäureäthylesters) ableiten würden.

Die Darstellungsmethode der Akonsäure nach Fittig und Beer²⁾ habe ich nur insofern abgeändert, als ich die gekochte 10 procentige Lösung der Itadibrombrenzweinsäure unter vermindertem Druck bis zur beginnenden Krystallisation destillirt habe.

Der Akonsäuremethylester, welchen Meilly³⁾ aus dem Silbersalz und Jodmethyl dargestellt hat, lässt sich nach meinen Erfahrungen sehr vortheilhaft gewinnen, wenn man Akonsäure (23 g) in Methylalkohol (100 g) bei gelinder Wärme löst und die Lösung unter Ausschluss von Feuchtigkeit sich selbst überlässt. Nach etwa 14 tägigem Stehen tritt Ausscheidung von fester Substanz ein. Man dunstet nun im Vacuum ab und krystallisirt den Ester aus Aether, dem wenig Methylalkohol zugesetzt wird, um. Die Ausbeute ist gleich dem Gewicht der angewendeten Säure. Schmp. des Esters 84°, (Meilly: 85°).

Analyse: Ber. für $C_6H_6O_4$.

Procente: C 50.70, H 4.22.

Gef. » » 50.62, » 4.23.

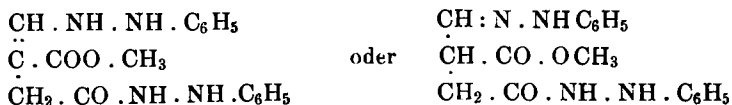
Sowohl der Akonsäuremethylester als auch die freie Akonsäure reagiren mit Phenylhydrazin; der erstere in methylalkoholischer Lösung, die Säure bei directer Vereinigung der Componenten. Es ist mir gelungen, aus Akonsäuremethylester und Phenylhydrazin einen gut charakterisirten Körper zu gewinnen, der aus Methylalkohol krystallisirt, weisse Nadeln darstellt, welche bei 167° schmelzen. Einer

1) Diese Berichte 27, 3186.

2) Ann. d. Chem. 216, 92.

3) Ann. d. Chem. 171, 163.

Stickstoffbestimmung nach könnte der Substanz die folgende Constitution zukommen:



Analyse: Ber. für $\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_3$.

Procente: N 16.47.

Gef. » » 16.75.

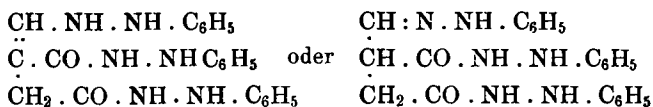
Weniger gut allerdings stimmt auf diese Zusammensetzung das Ergebniss der Kohlenstoffbestimmung:

Ber. Procente: C 63.53, H 5.88.

Gef. » » 64.16, 64.4, 64.41. » 6.11, 6.19, 6.0.

Möglicherweise also ist der Körper als Hydrazon-Hydrazid der Oxyitakon- oder Formylbernsteinmethylestersäure aufzufassen.

Die Reaction zwischen Akonsäure und Phenylhydrazin lieferte eine ebenfalls aus Methylalkohol in weissen Nadeln krystallisirende Substanz vom Schmp. 178—179°, welcher vielleicht die folgende Constitutionsformel zuzuschreiben ist:



Analyse: Ber. für $\text{C}_{23}\text{H}_{24}\text{N}_6\text{O}_2$.

Procente: N 20.19.

Gef. » » 20.83.

Es würde somit das Hydrazon-Dihydrazid der »Formylbernstein-säure« vorliegen.

Ich hoffe über diese Substanzen bald eingehender berichten zu können.

Bonn, December 1894.

637. P. Jannasch und M. Weiler: Ueber die Derivate des Isodurools.

[I. Mittheilung.]

(Eingegangen am 20. December.)

Zur Aufklärung einer Reihe von einander abweichender Angaben verschiedener Forscher über Isodurool-Derivate entschlossen wir uns zu einem erneuten Studium des von dem Einen von uns im Jahre 1875 dargestellten ersten flüssigen Tetramethylbenzols¹⁾. Da bei der von

¹⁾ Diese Berichte 8, 355 und Ann. d. Chem. 198, 330.