

dem Methylxanthin übereinstimmt, dass also auch Coffein im Organismus in Methylxanthin übergeführt wird.

Methylirte Xanthinderivate sind bereits öfters als Bestandtheile des normalen Harns gefunden worden, so insbesondere von Salomon<sup>1)</sup> ein Körper von der Zusammensetzung des Methylxanthins (Heteroxanthin). Es fehlt uns an genügenden Beweisen, um die Identität des Heteroxanthins mit unserem Methylxanthin zu behaupten, doch können wir die Vermuthung nicht zurückweisen, dass auch das Heteroxanthin durch Abspaltung der Methylgruppe aus einem höher methylirten Xanthinderivat hervorgeht; dafür spricht der Umstand, dass es nur in äusserst geringer Menge aus dem Harn erhalten wurde, und dass man es niemals als Bestandtheil der Zellkerne neben den bekannten Xanthinkörpern gefunden hat. Seine Muttersubstanz wäre dann wohl in den höher methylirten Xanthinderivaten der Pflanzennahrung zu suchen.

Heidelberg, Pharmakologisches Institut, April 1895.

## 222. Br. Pawlewski: Ueber die Einwirkung von Phtalylchlorid auf die Nitraniline.

[Eingeg. am 6. Mai; mitgeth. in der Sitzung von Hrn. E. Täuber.]

Die Arbeit von Hrn. N. Dobreff, welche unter obigem Titel im letzten Hefte der Berichte erschienen ist, nöthigt mich zur Veröffentlichung dieser Mittheilung, obgleich ich meine Arbeiten in dieser Richtung nicht als beendet ansehen kann und obwohl meine Resultate nicht vollkommen mit den Resultaten des Hrn. N. Dobreff übereinstimmen.

In meiner Arbeit über die Einwirkung von Phtalylchlorid auf Dinitrodiazoamidobenzole, welche der Redaction der Berichte Ende November 1894 eingesendet wurde, sage ich wörtlich: »Auf Grund der beobachteten Einwirkung von Phtalylchlorid auf Dinitrodiazoamidobenzole lässt sich vermuthen, dass Phtalylchlorid mit Nitranilinen ebenfalls dieselben Nitrophtalanile liefern wird. Der Versuch bestätigt vollkommen, wie ich in Kurzem zeigen werde, diese meine Vermuthung«.

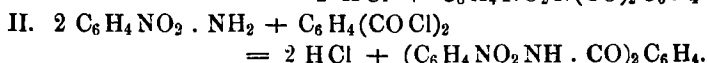
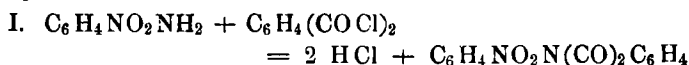
Hinzusetzen muss ich hierbei, dass ich, obwohl meine Arbeit über die Einwirkung von Phtalylchlorid auf Dinitrodiazoamidobenzole der Redaction der Berichte Ende November 1894 überreicht wurde, die Resultate sowohl dieser Arbeit, als auch der Arbeit über die Einwirkung von Phtalylchlorid auf Nitraniline bereits in der zweiten Hälfte des Juni 1894 veröffentlichte, und zwar auf dem »siebenten Congresse der polnischen Aerzte und Naturforscher in Lemberg«, was die

<sup>1)</sup> Diese Berichte 18, 3406.

Protocolle und Publicationen dieses Congresses bezeugen. Herr N. Dobreff berichtet, dass er seine Arbeiten im September 1894 begonnen habe.

Es geht mir in diesem Falle nicht so um die Priorität, als vielmehr um die Darstellung der Sache im eigentlichen Lichte.

Die Einwirkung von Phtalylchlorid auf Nitraniline ergibt, den Umständen entsprechend, zweierlei Producte: Nitropthtalanile und Nitropthtalanilide:



Die erstgenannten Körper, d. h. die Nitropthtalanile, erhält man durch Erhitzen der entsprechenden Nitraniline mit einem Ueberschuss von Phtalylchlorid über den Siedepunkt dieses letzteren Körpers — die anderen, d. h. die Nitropthtalanilide, entstehen beim Erwärmen auf dem Wasserbade oder auch schon ohne Erwärmen bei der Einwirkung von 2 Mol. Nitranilin auf 1 Mol. Phtalylchlorid.

Zu reinen Producten gelange ich bedeutend leichter als Hr. N. Dobreff; bei den Nitropthtalanilen wasche ich das Reactionsproduct mehrere Male mit heissem Benzol oder Toluol, hierauf mit kochendem Alkohol von 95° Tr. und den Rückstand lasse ich aus Eisessig auskrystallisiren; bei den Nitropthtalaniliden erwärme ich das Reactionsproduct 2- bis 4-mal mit Benzol und lasse aus Alkohol auskrystallisiren, in welchem diese Körper ziemlich leicht löslich sind, während *p*- und *m*-Nitropthtalanile in Alkohol fast unlöslich sind und *o*-Nitropthtalanil in demselben ebenfalls ziemlich schwer löslich ist.

Auf obige Art erhielt ich Resultate, welche ich nachstehend anführe:

Paranitropthtalanil,  $\text{C}_{14}\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_4$ , stellt ein amorphes, feines, fast weisses, bei 262—263° schmelzendes Pulver dar. Bei der Analyse dieses Körpers wurden folgende Zahlen erhalten:

Procente: C 62.60, H 3.21, N 10.98.

Hr. N. Dobreff erhält diesen Körper als gelbes Krystallpulver vom Schmelzpunkt 190—190.5° C. Ich habe Paranitropthtalanil etwa 6 Mal dargestellt und immer habe ich einen weissen, bei 262—264° C. schmelzenden Körper erhalten. Das Paranitropthtalanil aus Dinitrodiazoamidobenzol zeigt auch dieselben Eigenschaften.

Metanitropthtalanil stellt entweder ein weisses amorphes Pulver, oder, aus grossen Mengen Eisessig krystallisirt, lange, farblose Nadelchen dar. Sowohl der eine als auch der andere Körper schmilzt bei 242—244° C. Die Analyse dieses Körpers ergab:

Procente: C 62.79, H 3.27, N 11.21.

Diesen Körper erhielt bereits früher S. Gabriel<sup>1)</sup> und sein Körper stimmt in den Eigenschaften vollkommen mit meinem Körper überein. Metanitrophtalanil aus Dinitrodiazamidobenzol schmilzt auch bei 242—244° C. Hr. N. Dobreff findet den Schmelzpunkt dieses Körpers 236—236.5° C.

Ortonitrophtalanil krystallisirt aus Essigsäure in zolllangen, schwach gelblichen Nadelchen, welche bei 200—203° schmelzen. Es krystallisirt auch aus Alkohol von 98° Tr. in langen gelblichen Nadelchen von demselben Schmelzpunkte. Die Analysen ergaben folgende Resultate:

Procente: C 62.84, 62.97, H 4.05, 3.43, N 11.12.

Paranitrophtalanilid,  $C_{20}H_{14}N_4O_6$ , stellt ein leichtes Pulver von gelblicher Farbe dar, welches bei 230—232° schmilzt. Aus grossen Mengen Essigsäure umkrystallisirt, erhält man gelbliche Körner, welche bei 232—234° schmelzen. Bei der Analyse erhielt man folgende Resultate:

Procente: C 59.16, 59.14, H 3.72, 3.51, N 14.07;

was vollkommen der Formel  $C_{20}H_{14}N_4O_6$  entspricht.

Orthonitrophtalanilid kann ohne Erwärmen der auf einander reagirenden Körper erhalten werden. Aus Essigsäure erhält man feine, seidenglänzende, gelbliche Nadelchen, welche bei 180—184° C. schmelzen. Die Analysen ergaben:

Procente: C 59.15, 59.11, H 4.10, 3.82, N 14.22.

Metanitrophtalanilid erfordert weitere Untersuchung, denn obgleich die Analysen für die Formel  $C_{20}H_{14}N_4O_6$  sprechen, fand ich den Schmelzpunkt dieses Körpers fast identisch mit dem Schmelzpunkt des Paranitrophtalanilids, was eine Erklärung erheischt.

### 223. Robert Otto und K. Mühle: Notiz über die Darstellung des Aethylidendiphenylsulfons.

(Eingegangen am 7. Mai; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. E. Täuber.)

Das einfachste der Reihe  $\begin{matrix} H \\ R \end{matrix} > C(SO_2R)_2$  angehörnde Disulfon mit aromatischem Kohlenwasserstoffreste innerhalb des Sulfonylradicales, das Aethylidendiphenylsulfon, erhält man nach R. Escales und E. Baumann<sup>2)</sup> aus der Phenylmercaptolbrenztraubensäure ( $CH_3 \cdot C(S_2C_6H_5)_2COOH$ ), die ihrerseits nach denselben Autoren aus Brenztraubensäure und Phenylmercaptan dargestellt werden kann,

<sup>1)</sup> Diese Berichte 11, 2260.

<sup>2)</sup> Ueber einige Disulfone, diese Berichte 19, 2814.