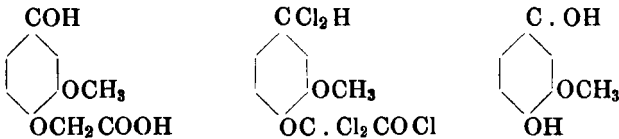


Die Analyse ergab:

Analyse: Ber. Procente C	57.14	H	4.77.
Gef. » »	57.5	»	4.5.

Wird 1 Th. dieser Vanillinessigsäure mit 2 Th. Phosphorpentachlorid auf 130° bis zu ganzer Verflüssigung erwärmt, und wirft man nachher in kochendes Wasser, so extrahirt Aether aus der Lösung Vanillin, welches durch Schmelzpunkt und sonstiges Verhalten charakterisirt wurde. Daneben scheint sich Trichloressigsäure und Kohlensäure gebildet zu haben. Die Reaction verläuft wahrscheinlich folgendermaassen:



Salzsäure greift unter 180° die Vanillinessigsäure wenig an und wirkt bei 210° verharzend neben wenig Vanillinbildung ein.

Klingenthal, Laboratorium der Farbenfabriken A. Oesinger & Co. und Mülhausen, Chemieschule.

385. R. J. Knoll und Paul Cohn: Ueber Naphtylindoxazen.

[Vorläufige Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium des Prof. Dr. Lippmann an der k. k. Universität in Wien.]

(Eingegangen am 25. Juli.)

Vor kurzer Zeit haben wir über die Darstellung des *o*-Bromphenylnaphtylketons berichtet ¹⁾. Dasselbe wurde durch Condensation von *o*-Brombenzoylchlorid und Naphtalin mit Hülfe von frisch bereitetem Aluminiumchlorid als ein schön krystallisirender Körper vom Schmp. 89° erhalten. Es trat an uns die Aufgabe heran, dieses Keton in das entsprechende Oxim überzuführen. Mehrere Versuche zeigten, dass die Oximierung äusserst schwierig vor sich geht. Als das relativ beste Verfahren wurde noch jenes erkannt, wo das Keton mit einem Ueberschuss von Hydroxylaminchlorhydrat, Alkohol und einigen Tropfen Salzsäure in einer Druckflache 196 Stunden am Wasserbade erhitzt wurde. Der Kolbeninhalt besteht trotz der langen Zeit des Erhitzens aus viel unverändertem Keton und kleinen Mengen des Oxims. Durch wiederholtes Umkrystallisiren aus Alkohol kann das bei weitem niedriger schmelzende und löslichere Keton von dem

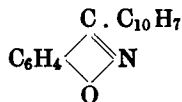
¹⁾ Wiener Monatshefte, Februar 1895.

Oxim getrennt werden. Man erhält so durch diese wiederholte Behandlung eine in kleinen Nadelchen krystallisirende, bei 165° scharf schmelzende Substanz, welche schwer löslich in Weingeist und Petroleumäther, leicht löslich in Essigäther gefunden wurde. Auffallender Weise ist dieses vermeintliche Oxim $C_6H_4Br.C:NOH.C_{10}H_7$ in Lauge nicht löslich und verhält sich auch gegen Fehling'sche Lösung inactiv.

Analyse: Ber. Procente: C 62.58, H 3.68, Br 24.54.
 Gef. » » 62.61, » 3.99, » 24.52.

Wir betonen dieses abnorme und deshalb interessante Verhalten gegen die beiden Reagentien ausdrücklich, weil wir vermuthen — was allerdings erst durch weitere Versuche bewiesen werden muss — dass hier eine Umlagerung vorliegt; denn durch den Eintritt einer Naphtylgruppe sollten die sauren Eigenschaften einer solchen Verbindung eher verstärkt als vermindert werden.

Wird nun dieser bromhaltige Körper mit alkoholischer Kalilauge einige Stunden gekocht, so scheidet sich unter Gelbfärbung der Lösung Bromkali aus. Nach vollendeter Reaction digerirt man die angesäuerte Lösung einige Zeit am Wasserbade zur Entfernung des Alkohols, wobei sich in der Wärme ein gelblich gefärbtes Oel auszuscheiden beginnt, das beim Abkühlen und gleichzeitigen Reiben mit dem Glasstabe zu einer krystallinischen Masse erstarrt. Dieselbe krystallisirt in Nadelchen, schmilzt scharf zwischen 92 und 93° und wurde, nach der Kjeldahl'schen Methode geprüft, stickstoffhaltig gefunden. Die analytischen Resultate zeigen, dass diese Substanz die Zusammensetzung eines Naphtylindoxazens hat:



Analyse: Ber. Procente: C 83.26, H 4.49.
 Gef. » » 83.57, 83.38, » 5.1, 4.88.

Das Verhalten dieses Indoxazens gegen Wasserstoff sowie der eventuell entstehenden Hydroverbindung gegen Säuren soll den Gegenstand weiterer Untersuchungen bilden.

Wien, Ende Juli 1895.