

und so oft mit Aether ausgeschüttelt, als noch etwas in denselben Übergang (15-mal). Der einmal aus Methylalkohol umkrystallisirte Aetherrückstand betrug nur 0.14 g. Nach dreimaligem Krystallisiren schmolz der Körper bei 150.5–151.5° unter Zersetzung, war leicht löslich in Aceton, Chloroform, Essigester, heissen Alkoholen und Benzol, mässig in den letzten kalten Solventien, Aether, heissem Wasser und Ligroin. Er bildet feine, hellgelbbraune Nadeln oder Prismen, die in starker Salzsäure, nicht in gleicher Weise in angesäuertem Wasser, löslich sind und durch Ammoniak niedergeschlagen werden, ist also schwach basischer Natur; er giebt die Liebermann'sche Nitrosoreaction und stellt jedenfalls das erwartete Methylazimido-phenyl-methyl-nitrosamin vor.

In Anbetracht der geringen Ausbeute an Nitrosamin scheint die Methylierung mit der Addition von Brommethyl an die Methylazimido-gruppe zu beginnen, was mit den obigen Ausführungen, nach denen das Hauptproduct Dimethylamido-methylazimido-benzol-brommethylat ist, übereinstimmt.

500. Joh. Pinnow und E. Koch: Ueber Derivate des *p*-Amido-dimethylanilins.

[Aus dem II. chemischen Institut der Universität Berlin.]

(Eingegangen am 25. November.)

In einer früheren Mittheilung¹⁾ war angegeben, dass *p*-Formylamidodimethylanilin, mit Jodmethyl in methylalkoholischer Lösung erhitzt, unter Abspaltung der Formylgruppe Pentamethyl- bzw. Trimethyl-Phenylendiaminjodid liefert. Versuche mit dem Acetylderivat haben nun gezeigt, dass die Acetylgruppe von Jodmethyl nicht verdrängt wird.

p-Acetylamido-dimethylanilin (10 g) wurde in benzolischer Lösung (100 g) mit Jodmethyl (8.5 g) 10 Stunden im Wasserbade in einer Selterflasche erwärmt. Das ausgeschiedene Additionsproduct krystallisirte aus Methylalkohol in kurzen, derben Prismen vom Schmp. 226°; dieselben lösen sich leicht in Wasser und heissem Methylalkohol, mässig in kaltem Methyl- und heissem Aethyl-Alkohol.

Analyse: Ber. für C₁₁H₁₇N₂OJ.

Procente: C 41.25, H 5.32, N 8.75, J 39.70.

Gef. » » 41.09, » 5.71, » 8.67, » 40.09.

Auch in alkoholischer Lösung wird die Acetyl-Gruppe nicht abgespalten.

¹⁾ Diese Berichte 27, 603.

Ersetzt man in der in der vorhergehenden Abhandlung beschriebenen Weise das Jod durch Chlor und dampft mit Salzsäure ein, so resultirt Trimethyl-*p*-amidophenylumchlorid-chlorhydrat, $\text{Cl}(\text{CH}_3)_3 \cdot \text{N} \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{NH}_2, \text{HCl}$, das, aus seiner methylalkoholischen Lösung mit Aether gefällt, glänzende, fächerförmig gruppirte Krystalle vom Schmp. 219° bildet. Seine Löslichkeit nimmt von Wasser über Methylalkohol zu Aethylalkohol ab, — in Aether und Benzol ist der Körper unlöslich.

Analyse: Ber. für $\text{C}_9\text{H}_{16}\text{N}_2\text{Cl}_2$.

Procente: C 48.43, H 7.17, N 12.55, Cl 31.84.

Gef. » » 48.68, » 7.24, » 12.66, » 31.41.

Der Körper hat zur Darstellung wasserlöslicher Azofarben Verwendung gefunden¹⁾.

501. M. Dennstedt: Nachträgliche Bemerkung zur vereinfachten Elementaranalyse.

[Aus dem chemischen Staats-Laboratorium Hamburg.]

(Eingegangen am 26. November.)

Ueber die von mir in diesen Berichten²⁾ veröffentlichte Methode der gleichzeitigen Bestimmung der Halogene und des Schwefels neben Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Substanzen sind mir mehrfach Anfragen zugegangen, wodurch es wohl bedingt sei, dass die Halogenbestimmungen häufig um mehr, als ein Procent zu hoch ausfallen, und ob und wie diesem Uebelstande vielleicht abgeholfen werden könne.

Da auch in dem im Juni d. J. gelegentlich der Hauptversammlung der Deutschen Chemiker gehaltenen und in der Zeitschrift für angewandte Chemie³⁾ veröffentlichten ausführlichen Vortrage dieser Punkt nicht genügend berücksichtigt worden ist, so möchte ich die Frage hier kurz erörtern, um die Fachgenossen nicht etwa nach einem einzigen Versuche von der so einfachen und handlichen Methode abzuschrecken.

Die Bestimmung der Halogene fällt thatsächlich bei stickstoffhaltigen Substanzen stets zu hoch aus, und zwar beruht der Fehler darauf, dass schwach erhitzen Silber das bei der Verbrennung im Sauerstoffstrom mit Platinmohr gebildete Stickstoffdioxid als salpetersaures oder salpétrigsaures Silber theilweise zurückhält. Während der Verbrennung dürfen die Silberschiffchen nicht bis zur Zersetzung

¹⁾ D. R.-P. 87584.

²⁾ Diese Berichte 30, 1590.

³⁾ Diese Berichte 30, 462.