

die Lösung des Natrium-Isonitromethans in diejenige des neutralisirten Diazoniumsalzes ein. Die sehr bald erstarrende, rothe Fällung wird nach viertelstündigem Stehen bei 0° abfiltrirt und gut ausgewaschen; sie besteht aus Nitroformaldehydrazon und ganz wenig Nitroformazyl. Zur Trennung beider wird in etwa 500 ccm ein- bis zwei-fach normaler Natronlauge gelöst und fractionirt unter fleissigem Umrühren mit Säure gefällt; erst scheidet sich die schwächer saure Formazylverbindung ab, dann — sobald sich auf Zusatz eines Tropfens Säure nicht mehr rothe, sondern dauernd gelbe Streifen zu zeigen beginnen — das Nitroformaldehydrazon. Das Nitroformazyl — im Gewicht von 7 g — ist direct fast rein; ebenso das in Form der  $\beta$ -Verbindung ausfallende Nitroformaldehydrazon (40–45 g, bei 83° — statt bei 84.5–85.5° — schmelzend<sup>1)</sup>). Man verwandle Letzteres in das prachtvoll krystallisirende Isomere ( $\alpha$  vom Schmp. 74.5–75.5°), indem man es in Portionen von je 5 g aus siedendem Ligroin möglichst rasch umkrystallisirt. Aus 15 g des mit Säure ausgefällten  $\beta$ -Körpers werden 12–13 g analysenreines  $\alpha$ -Nitroformaldehydrazon erhalten.

Sowohl Nitroformazyl wie Nitroformaldehydrazon sind im hiesigen Laboratorium untersucht worden; mit welchem Ergebniss, wird später mitgetheilt werden.

Zürich, Analytisch-chemisches Laboratorium des eidgenöss. Polytechnicums.

### 327. Ernst Erdmann und Hugo Erdmann: Zur Kenntniss des Neroliöles<sup>2)</sup>.

(Eingegangen am 12. Juli.)

Wir nehmen Anlass, auf eine Reclamation von Hrn. Heinrich Walbaum<sup>3)</sup> zu antworten.

Hr. Walbaum ist im Irrthum, wenn er glaubt, »die erste wissenschaftliche Mittheilung« über das Vorkommen von Anthranilsäuremethylester im Neroliöle befinde sich im Aprilbericht 1899 der Firma Schimmel & Co. Inwiefern Handelsberichte überhaupt als wissenschaftliche Quelle anzusehen sind, haben wir hier nicht zu er-

<sup>1)</sup> In anderen Fällen war das Verhältniss etwas zu Gunsten des Nitroformazyls verschoben, immer aber trat die Menge des Letzteren sehr erheblich zurück gegen diejenige des Nitroformaldehydrazons.

<sup>2)</sup> Vergl. diese Berichte 32, 1213.

<sup>3)</sup> Diese Berichte 32, 1512.

örtern<sup>1)</sup>. Jedenfalls findet sich die erste zur Veröffentlichung bestimmte Beschreibung jenes Vorkommens in unserer vom Deutschen Patentamte ausgelegten Anmeldung E. 5958 vom 28. Mai 1898 auf ein »Verfahren zur Herstellung synthetischer Blumengerüche«, woselbst wir wörtlich Folgendes sagen:

»Bei der Untersuchung des südfranzösischen Orangenblüthenöles (Néroli Pétales, Nérolé Bigarade) haben wir einen noch nicht bekannten, aber für den Geruch und die Eigenschaften dieses ätherischen Oeles charakteristischen, stickstoffhaltigen Bestandtheil aufgefunden: es ist dies der Anthranilsäuremethylester. Derselbe ist aus dem Neroliöl so zu isoliren, dass die bei 10 mm Druck um 125° siedende Fraction mit wasserfreiem Aether verdünnt und trocknes Salzsäuregas eingeleitet wird; es fällt dann in Krystallnadeln das salzsaure Salz einer primären Base aus, welche mit dem aus Anthranilsäure synthetisch hergestellten Anthranilsäuremethylester identisch ist. Selbst in dem nicht fractionirten Oel lässt sich die Anwesenheit des Amidoesters dadurch nachweisen, dass man dasselbe mit Salzsäure schüttelt, die saure Lösung diazotirt und mit einem Phenol, z. B. Naphtoldisulfosäure R, zu einem in orange gelben Flocken ausfallenden Farbstoffe combinirt.

Die starke, bisher nicht zu erklärende blaue Fluorescenz des Bigarade-Oeles hat in diesem Gehalt an Anthranilsäuremethylester ihre Ursache . . . «

Bei diesem Thatbestande dürfte Walbaum's absprechendes Urtheil über unsere Priorität von den Fachgenossen nicht getheilt werden<sup>2)</sup>.

Die Bemerkung Walbaum's über den Nachweis des Furfurols im Nelkenöle ist uns nicht verständlich; in der von ihm angeführten Untersuchung über das Nelkenöl<sup>3)</sup> wird die Beobachtung der Firma Schimmel & Co. gebührend gewürdigt, obwohl sie in keiner wissenschaftlichen Zeitschrift, sondern nur in dem Handelsbericht und ohne analytischen Beleg gegeben wurde.

<sup>1)</sup> Vgl. darüber die Bemerkung von H. Erdmann zu unseren Untersuchungen über die Bestandtheile des Rosenöles und verwandter ätherischer Oele, Journ. für prakt. Chem. [2] 56, 45.

<sup>2)</sup> Von der Objectivität der Autoren eines im Uebrigen so hervorragenden Werkes wie »Die ätherischen Oele« von Gildemeister und Hoffmann, Berlin 1899, erwarten wir, dass sie künftig unsere Publication über Neroliöl nicht wie in der ersten Auflage einfach todtschweigen.

<sup>3)</sup> E. Erdmann, Journ. für prakt. Chem. [2] 56, 155.