

207° schmelzende Chloroplatinat war also noch unrein, und die bei der Analyse erhaltenen Zahlen müssen noch controllirt werden. Leider reichte das Material vorläufig nicht dazu aus.

Verarbeitung der Kohlenwasserstoffe.

Etwa 15 ccm des petroleumartig riechenden Oels wurden mit Verwendung eines Paraffinbades fractionirt. Die Hauptmenge wurde in 3 Fractionen, nämlich von 185—200°, von 200—215° und von 215—232°, von denen namentlich die Letzte stark lichtbrechend war, aufgefangen. Der Nachlauf war bereits etwas gelb gefärbt. Alle drei Fractionen besaßen einen mehr oder minder üblen Geruch und färbten sich an der Luft nach Verlauf einiger Tage dunkelbraun. Die Fractionen von 200—232° wurden vereinigt über Natrium destillirt und wiederum in 3 Fractionen, nämlich: von 190—200°, von 200—215° und von 215—225°, aufgefangen. Die damit vorgenommenen Kohlenwasserstoffbestimmungen ergaben folgende Werthe:

I. Fraction. 0.1928 g Sbst.; 0.6198 g CO₂, 0.2088 g H₂O.

Gef. C 87.67, H 12.03.

II. Fraction. 0.2503 g Sbst.: 0.8114 g CO₂, 0.2573 g H₂O.

Gef. C 88.41, H 11.42.

III. Fraction. 0.2716 g Sbst.: 0.8878 g CO₂, 0.2585 g H₂O.

Gef. C 89.15, H 10.57.

Irgend welche Schlüsse lassen sich aus diesen Zahlen nicht ziehen; Versuche, aus den verschiedenen Fractionen durch Nitriren oder Bromiren zu krystallisirten Derivaten zu gelangen, verliefen resultatlos.

4. Martin Freund: Ueber *N*-Methyltetrahydro-*o*-toluchinolin.

[Mittheil. aus dem chem. Labor. des Physikal. Vereins zu Frankfurt a. M.]

(Eingegangen am 9. December 1903.)

Zur Darstellung des *N*-Methyltetrahydro-*o*-toluchinolins diente das *o*-Toluchinolin, das nach der Synthese von Skraup¹⁾ aus *o*-Nitrotoluol, *o*-Toluidin, Glycerin und Schwefelsäure dargestellt wurde. Das so gewonnene *o*-Toluchinolin wurde nach den Angaben von Skraup in das zugehörige Jodmethylat übergeführt.

15 g Jodmethylat des *o*-Toluchinolins wurden im Kolben mit der 50-fachen Menge concentrirter Salzsäure (spec. Gew. 1.19) versetzt und in diese Lösung portionsweise 21—23 g Zinnfolie eingetragen. Alsdann wurde die Flüssigkeit auf dem Wasserbade so lange erhitzt,

¹⁾ Monatshefte f. Chem. 2, 153.

bis die angewandte Menge Zinnfolie in Lösung gegangen war. Beim Erkalten der Lösung setzte sich ein hellgelbes Oel am Boden des Gefäßes ab, das nach kurzer Zeit krystallinisch erstarrte und sich als das Zindoppelsalz der Reductionsbase erwies.

Ohne Letzteres zu isoliren, dampfte man die salzsaure Lösung ein, machte alsdann mit Natronlauge alkalisch und destillirte mit Wasserdampf.

Nach dem Ausäthern des übergegangenen Destillates wurde die ätherische Lösung über Kali getrocknet, der Aether verdampft und das restirende Methyltetrahydro-*o*-toluchinolin fractionirt destillirt. Sdp. 238—240° (uncorr.).

Die Analyse ergab die nachstehenden Werthe:

0.2631 g Sbst.: 0.7962 g CO₂, 0.2133 g H₂O.

C₁₁H₁₅N. Ber. C 81.98, H 9.31.

Gef. » 82.53, » 9.00.

Das Chlorhydrat der Base gab mit Platinchlorid ein Platindoppelsalz, das aus concentrirter Salzsäure in gelben, mikroskopisch kleinen, derben Nadeln vom Zersetzungspunkt 223° krystallisirte.

Das Pikrat der Base wurde aus Letzterer mittels Pikrinsäure dargestellt; dasselbe wurde aus 96-proc. Alkohol krystallisirt, und bildete kleine rhombische Tafeln von gelbrother Farbe. Schmp. 160°. Die Analyse ergab folgende Zahlen:

0.2204 g Sbst.: 0.4236 g CO₂, 0.0931 g H₂O.

C₁₁H₁₅N.C₆H₃(NO₂)₃O. Ber. C 52.30, H 4.61.

Gef. » 52.41, » 4.69.

Hr. Dr. Speyer hat mich bei diesen Versuchen unterstützt.

5. F. Ullmann und P. Dieterle: Studien in der Diphenazonreihe¹⁾.

(Eingegangen am 4. December 1903.)

In Folge verschiedener, in der letzten Zeit von dem Einen von uns aufgefundener, einfacher Synthesen von *o*-Dinitrobiphenylderivaten²⁾ ist diese Klasse von Verbindungen sehr leicht zugänglich geworden. Es erschien uns interessant, die daraus darstellbaren Diphenazone näher zu untersuchen.

¹⁾ Auszug aus der an der Universität Basel eingereichten Dissertation des Hrn. Paul Dieterle.

²⁾ F. Ullmann u. J. Bielecki, diese Berichte 34, 2174 [1901]. F. Ullmann u. W. R. Forgan, diese Berichte 34, 3802 [1901].