

Aether nachgewaschen, in verdünnter Salzsäure gelöst und zur Trockne verdampft. Erhalten 19 g salzsaures *o*-Chlor-benzylamin. Die ätherische Lösung wurde verdampft, der Rückstand mit Salzsäure versetzt und ebenfalls zur Trockne gebracht; erhalten 3 g salzsaures Di-*o*-chlorbenzylamin.

19 g salzsaures *o*-Chlorbenzylamin = 66.36 pCt. der Theorie  
 3 g » Di-*o*-chlorbenzylamin = 12.34 pCt. » »  
 Gesamtausbeute 78.70 pCt.

*o*-Chlor-benzylamin, Cl.C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>.CH<sub>2</sub>.NH<sub>2</sub>.

Salzsaures *o*-Chlorbenzylamin wurde in Wasser gelöst, mit Natronlauge versetzt, das Oel mit Aether aufgenommen, der Aether verdampft und das rückständige Oel im Vacuum destillirt. Schwach gelb gefärbtes Oel vom Sdp. 103—104° (uncorr.) bei 11 mm Druck; zieht begierig Kohlendioxyd aus der Luft an, weshalb auf eine Analyse verzichtet wurde.

Hydrochlorid. Durch Umkrystallisiren des weiter oben erwähnten rohen Salzes aus Alkohol. Ziemlich leicht löslich in siedendem Alkohol und Wasser. Farblose Blättchen, die bei 215—216° schmelzen.

0.1836 g Sbst.: 12.9 ccm N (22°, 756 mm)

C<sub>7</sub>H<sub>9</sub>NCl<sub>2</sub>. Ber. N 7.89. Gef. N 7.92.

Pikrat scheidet sich aus beim Zusammenmischen der heissen alkoholischen Lösungen der beiden Componenten. Breite, gelbe Nadeln, die bei 217° unter Zersetzung und vorherigem Sintern schmelzen.

0.1598 g Sbst.: 22 ccm N (22°, 754 mm).

C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>O<sub>7</sub>N<sub>4</sub>Cl. Ber. N 15.15. Gef. N 15.48.

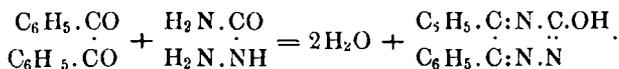
Die Untersuchungen werden fortgesetzt.

#### 248. Heinrich Biltz:

Ueber Diphenyl-oxy-triazin und Diphenyl-dihydro-oxy-triazin..

(Eingegangen am 31. März 1905.)

Das 1.2-Diphenyloxytriazin wurde von Thiele<sup>1)</sup> bei der Einwirkung von Semicarbazidchlorhydrat auf Benzil in alkoholischer Lösung gewonnen:



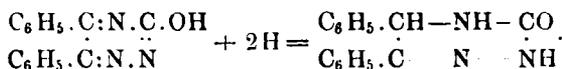
Dabei entsteht aber stets in nicht unbeträchtlicher Menge ein Nebenproduct, das sich später als Benzildisemicarbazon erwiesen hat.

<sup>1)</sup> J. Thiele und O. Stange, Ann. d. Chem. 283, 6 [1895].

Bei einem näheren Studium der Oxytriazine hat sich nun herausgestellt, dass man Diphenyloxytriazin und ähnliche Oxytriazine als ausschliessliche Producte der Umsetzung erhält, wenn Essigsäure als Lösungsmittel verwandt wird.

Das aus Benzil entstehende Oxytriazin ist blassgelb; die aus Anisil, Piperil, Cuminil entstehenden sind dunkler gelb gefärbt. Sie schmelzen ohne oder fast ohne Zersetzung oberhalb 220°. Sie bilden mit Säuren und Basen Salze, die — namentlich die Ersteren — durch Wasser hydrolytisch gespalten werden. Ein Wasserstoffatom kann durch Alkyle und Acyle ersetzt werden.

Bei der Reduction mit Zink in alkoholisch-essigsauerer Lösung nimmt Diphenyloxytriazin zwei Wasserstoffatome auf, wobei sich Diphenyldihydroxytriazin bildet. Ebenso verhalten sich die übrigen Oxytriazine, soweit sie bisher untersucht sind. Es hat sich zeigen lassen, dass die Wasserstoffanlagerung nach folgender Gleichung verläuft:



Die Dihydroxytriazine krystallisiren in farblosen Nadeln und schmelzen ohne Zersetzung oberhalb 200°. Sie nehmen beim Acyliren zwei Acyle auf, wobei zweifellos die beiden Imidwasserstoffatome ersetzt werden. Beim Verseifen spalten sich beide Acyle gleich leicht ab. Sie bilden weder mit Säuren noch mit Basen Salze.

An dieser Stelle möge nur die Darstellung der in der Ueberschrift genannten beiden Stoffe gegeben werden; eine ausführliche Beschreibung wird in den Annalen der Chemie bald folgen.

#### Diphenyl-oxy-triazin.

Lösungen von 10.5 g Benzil in 100 g wasserfreier Essigsäure und von 7 g Semicarbazidchlorhydrat ( $1\frac{1}{4}$  Mol.) in 20 g Wasser werden gemischt und drei Stunden unter Rückfluss gekocht. Beim Eingiessen in Wasser entsteht eine weisse, flockige Fällung von fast reinem Diphenyloxytriazin, die aus Alkohol oder wasserfreier Essigsäure krystallisirt oder mit Natriumhydroxydlösung gelöst und nach dem Filtriren der Lösung mit Säure gefällt wird. Man erhält so etwa 10 g reines Diphenyloxytriazin vom Schmp. 224–225° (Sdp.).

Nach ganz entsprechender Vorschrift lassen sich die Oxytriazine aus Anisil, Piperil, Cuminil gewinnen.

#### Diphenyl-dihydro-oxy-triazin.

5 g Diphenyloxytriazin werden in 80 g einer Mischung von gleich viel Alkohol und wasserfreier Essigsäure gelöst und mit 3 g Zink-

spähnen (»Kahlbaum«) während vier Stunden gekocht. Die beim Eingiessen in Wasser entstehende, flockige, weisse Fällung wird aus wasserfreier Essigsäure, worin sie leicht löslich ist, unter Zusatz von Alkohol, worin sie schwer löslich ist, krystallisirt. In 80—90-procentiger Ausbeute werden derbe, farblose Nadeln erhalten, die bei 275—276° (Sdp.) schmelzen.

0.1897 g Sbst.: 0.4984 g CO<sub>2</sub>, 0.0934 g H<sub>2</sub>O. — 0.1573 g Sbst.: 22.2 ccm N (14°, 777 mm).

C<sub>15</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O. Ber. C 71.6, H 5.2, N 16.8.

Gef. » 71.6, » 5.5, » 17.0.

Entsprechend lassen sich die anderen Oxytriazine reduciren. Die Schmelzpunkte der bisher dargestellten Oxytriazine und Dihydrooxytriazine seien im Folgenden gegeben.

	Oxytriazin	Dihydrooxytriazin
aus Benzil . . . .	224—225 <sup>0</sup>	275—276 <sup>0</sup>
» Anisil . . . .	261—262 <sup>0</sup>	212—218 <sup>0</sup>
» Piperil . . . .	248 <sup>0</sup>	285 <sup>0</sup>
» Cuminil . . . .	250 <sup>0</sup>	255—256 <sup>0</sup>

Kiel, Chemisches Universitätslaboratorium.

#### 249. V. Kohlschütter und K. Vogdt:

#### Ueber feste Lösungen indifferenten Gase in Uranoxyden.

[Aus dem chem. Institut der Universität Strassburg.]

(Eingegangen am 21. März 1905.)

Vor einigen Jahren hat sich der Eine von uns bemüht, Aufschluss darüber zu erlangen, in welchem Zustand Helium in den Uranmineralien vorhanden ist<sup>1)</sup>. Die »Nullwerthigkeit« der Edelgase, ihre Unfähigkeit, Verbindungen einzugehen, wurde damals noch nicht so allgemein als erwiesen betrachtet wie heute. Ramsay selbst meinte, in Uebereinstimmung mit Thomson, dass Helium in Form einer endothermen Verbindung vorliege; er bestimmte gemeinsam mit Collie und Travers die bei der Zersetzung des Fergusonits auftretende Wärmemenge und stellte sie als die beim Zerfall der Heliumverbindung frei werdende Wärme hin. Auf Grund experimenteller Thatsachen sprach sich der Eine von uns für die Annahme einer chemischen, aber nicht endothermen Verbindung aus; und zwar wurde er dazu geführt, durch die auffallende Tendenz von Uran und Thorium, bei hoher Temperatur mit Stickstoff sehr beständige Verbindungen zu bilden und durch die Er-

<sup>1)</sup> Ann. d. Chem. 317, 158.