

$C_{30}H_{47}Cl$. Ber. C 81.30, H 10.69, Cl 8.01.
 $C_{30}H_{49}Cl$. » » 80.93, » 11.10, » 7.97.
 Gef. » 81.04, » 11.26, » 8.17.

Stigmasterinchlorid-tetrabromid: 2 g Chlorid wurden in 30 Theilen Aether gelöst und mit 30 ccm eines Brom-Eisessig-Gemisches der oben erwähnten Concentration versetzt. Die ausgefallenen Krystalle wurden aus Chloroform-Alkohol umkrystallisirt; sie schmelzen bei 180° unter Zersetzung.

0.1994 g Sbst.: 0.3428 g CO_2 , 0.1131 g H_2O .
 $C_{30}H_{47}ClBr_4$. Ber. C 47.20, H 6.21.
 $C_{30}H_{49}ClBr_4$. » » 47.08, » 6.46.
 Gef. » 46.89, » 6.35.

697. Eug. Grandmougin und H. Leemann: Ueber Hexanitro-azobenzol.

[Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 7. December 1906.)

Aus verschiedenen Gründen erschien es uns wünschenswerth, die anscheinend noch nicht dargestellten Pentanitro- und Hexanitro-Azobenzole zu studiren.

Dieselben sind nach der von Werner und Stiasny¹⁾ angegebenen Methode erhältlich, und wir möchten heute kurz über das Hexanitroderivat berichten.

Hexanitro-hydrazobenzol.

Aequivalente Mengen Pikrylhydrazin²⁾ und Pikrylchlorid werden gut verrieben und 4 Stunden im Oelbade auf 120° erbitzt. Es entweicht Salzsäure, und der mit heissem verdünntem Alkohol gewaschene Rückstand wird aus Eisessig umkrystallisirt. Zweckmässiger erhitzt man in alkoholischer Lösung: 2 Mol. Pikrylchlorid, 1 Mol. Hydrazinhydrat und 3 Mol. Kalilauge, wobei sich das Monokaliumsalz des Hexanitrohydrazobenzols in schwarzen metallisch glänzenden Krystallen abscheidet, die durch Säure zersetzt werden.

Das Hexanitro-hydrazobenzol bildet hellgelbe Nadelchen vom Schmp. 201° .

0.0638 g Sbst.: 15 ccm N (25° , 724 mm).
 $C_{12}H_6N_8O_{12}$. Ber. N 24.67. Gef. N 24.82.

¹⁾ Diese Berichte 32, 3256 [1999].

²⁾ Curtius und Dedichen, Journ. für prakt. Chem. [2] 50, 271; Surogotti, Garz. chim. Ital. 24, 113.

Ausser dem eben erwähnten Monokaliumsalz, das sich in Aceton mit tiefrother Farbe löst, wurde noch ein mit blauer Farbe lösliches Dikaliumsalz dargestellt.

Hexanitro-azobenzol.

Behandelt man Hexanitrohydrazobenzol oder dessen Kalium-Salze auf dem Wasserbade mit Salpetersäure ($d = 1.3$), so schlägt die Farbe in orange um. Man verdünnt mit Wasser, filtrirt und krystallisirt aus Eisessig mit einigen Tropfen Salpetersäure.

Man erhält so prachtvolle, glänzende, rothe Prismen vom Schmp. 215° .

0.1007 g Subst.: 22.9 ccm N (18° , 727 mm).

$C_{12}H_4N_8O_{12}$. Ber. N 24.78. Gef. N 25.03.

Ausserdem wurden, wie bereits erwähnt, auch die Pentanitro-derivate dargestellt.

Durch Einwirkung von Aminen (Anilin z. B.) auf die Nitroazobenzole erhält man gut krystallisirte Producte, mit deren Studium wir eben beschäftigt sind.

Wir gedenken, darüber später ausführlicher zu berichten.

Zürich, Chem.-techn. Laboratorium des Polytechnicums.

698. Adolf Kraemer:

Oxaminessigsäure¹⁾ als Oxydationsproduct des Glycylglycins.

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

(Eingegangen am 11. December 1906.)

Bei der Oxydation des Glycylglycins mit Calciumpermanganat in kalter, wässriger Lösung erhielt L. Pollak²⁾ neben Kohlensäure und anderen, nicht näher untersuchten Producten das Calciumsalz einer Säure, die er als »Oxalylaminoessigsäure, $COOH.CO.NH.CH_2.COOH$ «, ansprach. Denn sie gab bei der Hydrolyse mit kochender Salzsäure fast die theoretisch mögliche Menge Oxalsäure; dagegen gelang es ihm nicht, aus den Spaltungsproducten Glykocoll zu isoliren. Da er statt dessen

¹⁾ Der von Kerp und Unger gewählte Name »Oxaminessigsäure« (diese Berichte 30, 579 [1897]), welcher an die Oxaminsäure erinnert, hat nicht allein das Vorrecht der Priorität, sondern scheint mir auch besser zu sein, als die von Pollak vorgeschlagene Bezeichnung »Oxalylaminoessigsäure«.

²⁾ Beiträge zur chem. Physiol. u. Pathol. 7, 16.