

über. Zu diesem Behufe ließ ich ich 0.4 g Chlorid zwei Tage lang mit Sodalösung unter öfterem Umschütteln stehen, goß dann die rotviolett gefärbte Flüssigkeit ab und wusch das Hydroxyd zur Entfernung des nebenher gebildeten Quecksilberhydroxyds mit Essigsäure und hernach mit Wasser aus. Der Körper war weiß und zeigte die vorausgesehene Zusammensetzung.

0.2952 g Sbst.: 0.1926 g HgS.

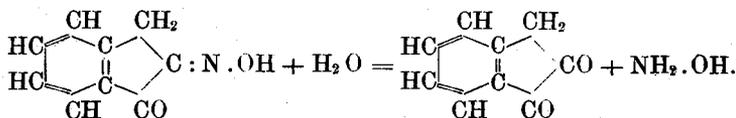
$C_8H_6O_3Hg$. Ber. Hg 55.25. Gef. Hg 56.24.

Leipzig, I. Chem. Laboratorium der Universität.

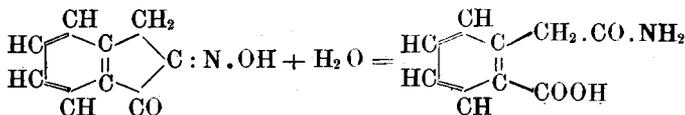
34. Walter Peters: Die Umwandlung des Isonitroso- α -hydrindons in Homophthalamidsäure.

(Eingegangen am 29. Dezember 1906.)

Das Ziel der vorliegenden Untersuchung war ursprünglich, das Isonitrosohydrindon in das noch nicht erhaltene 1.2-Diketohydrinden und Hydroxylamin zu zerlegen und ersteren Körper auf Tautomerie zu prüfen in Anbetracht dessen, daß in ihm eine Methylengruppe zwischen einer Carbonylgruppe und einer Doppelbindung steht:



Das Oxim wird jedoch von Salz- und Essigsäure in der Kälte nicht verändert, in der Hitze zersetzt; denn je länger man kocht, desto dunkler wird die Lösung. Salpetersäure oxydiert zu Phthalsäure. Konzentrierte Schwefelsäure dagegen spaltet den Fünfring auf und lagert gleichzeitig die Oximgruppe in der von Beckmann entdeckten Weise um:



Der letzte Körper ist mit der von Gabriel entdeckten und nach zwei anderen Methoden dargestellten Homophthalamidsäure¹⁾ identisch. Darstellung: Ich trug 2 g Oxim in 100 g konzentrierter Schwefelsäure ein, die ich zur Vermeidung von Zersetzung unter 0° abkühlte, und

¹⁾ Diese Berichte 20, 1203 [1887]; 27, 2504 [1894].

ließ so über Nacht stehen. Danach war das Oxim mit brauner Farbe in Lösung gegangen. Nunmehr goß ich die Lösung in eiskaltes Wasser und zwar zur Verhütung von Zersetzung in kleinen Portionen unter ständiger Kühlung, so daß die Temperatur niemals über 20° stieg. In rötlichen Blättern schied sich eine Verbindung ab, die abgesaugt und ausgewaschen wurde. Aus der Mutterlauge konnte ich nichts mehr erhalten, da dieselbe sowohl beim Eindampfen als auch beim Eindunsten in der Kälte im Vakuum sich zersetzte. Die 1.3—1.5 g Rohprodukt lieferten nach dem Umkrystallisieren aus Alkohol durchschnittlich 1 g reinen Körpers. Derselbe erwies sich nach Schmelzpunkt, Löslichkeitsverhältnissen und Verbrennungsergebnissen als Homophthalamidsäure:

0.1834 g Sbst.: 0.4087 g CO₂, 0.0885 g H₂O. -- 0.1891 g Sbst.: 13.4 ccm N (25°, 753 mm).

C₉H₉O₃N. Ber. C 60.34, H 5.03, N 7.82.

Gef. » 60.58, » 5.36, » 7.83.

Schon Gabriel hatte aus dem doppelten Schmelzpunkt der Amidsäure geschlossen, daß sie beim Erhitzen in Homophthalimid überginge¹⁾ und auch letzteres in die Amidsäure zurückverwandelt. Mir gelang es, die Amidsäure durch Sublimation oberhalb 200° im Vakuum von 17 mm bei geringer Verkohlung in das Imid vom Schmp. 223° überzuführen.

Zum Schlusse danke ich Hrn. Prof. Hantzsch aufrichtig für die Anregung zur vorliegenden und zur vorhergehenden Arbeit und die bereitwillige Unterstützung während deren Ausführung.

Leipzig, I. Chem. Laboratorium der Universität.

35. A. Hantzsch und O. Denstorff: Berichtigung zu F. Feists Mitteilung über Pyron-hydroperbromide.

(Eingegangen am 2. Januar 1907.)

Unsere Abhandlung über die Anlagerung von Halogenen und Perhalogenwasserstoffsäuren an Sauerstoffverbindungen²⁾ hat Hr. Feist³⁾ kürzlich in recht ausführlicher Weise dahin berichtigen zu sollen geglaubt, daß das Wesentliche über die Bildung von Hydroperhaloiden speziell der γ -Pyrone schon durch seine früher mit H. Baum publizierte Mitteilung⁴⁾ bekannt sei.

¹⁾ Diese Berichte 27, 2504 [1894].

²⁾ Ann. d. Chem. 349, 1—44. ³⁾ Diese Berichte 39, 3659 [1906].

⁴⁾ Über Bromderivate der γ -Pyrone usw., diese Berichte 38, 3562 [1905].