

Titration mit Jod. 0.1306 g auf 25 ccm Alkohol gelöst, davon je 5 ccm in verdünnte mit wenig Salzsäure angesäuerte Jodkaliumlösung gegeben. Nach 3 Minuten wurde mit $\frac{2}{10}$ -Thiosulfatlösung auf Entfärbung titriert.

Verbraucht für I. 4.30 ccm, II. 4.20 ccm. Für 3 Atome ausgeschiedenes Jod berechnen sich 4.26 ccm.

Das bei den beiden Versuchen gebildete Diphenylamin wurde nach dem Verdünnen der Lösungen quantitativ mit Äther ausgezogen und zur Wägung gebracht. Gewogen wurden 0.047 g, die gleiche Menge, die der Theorie nach entstanden sein muß.

Die Einwirkung von Brom führt, wie erwähnt, zur Bildung von Tetrabrom-diphenylamin. Dieser Körper scheidet sich in farblosen Nadeln ab, wenn man zu einer Ätherlösung von Diphenylstickstoffoxyd soviel Brom setzt, als aufgenommen wird. Dabei tritt vollkommene Entfärbung ein. Die Reaktion scheint völlig glatt zu verlaufen, denn in der eingedampften Mutterlauge fand sich nichts anderes als das erwähnte Bromderivat des Diphenylamins. Nach dem Umkrystallisieren der Substanz aus Benzol lag ihr Schmelzpunkt bei 185°. Die Mischprobe mit einem Vergleichspräparat¹⁾ hatte den gleichen Schmelzpunkt.

0.1439 g Sbst.: 0.2226 g AgBr.

$C_{12}H_7NBr_4$. Ber Br 65.98. Gef. Br 65.83.

Mit der weiteren Bearbeitung der oben erwähnten Reaktionen und mit der gründlichen Untersuchung des neuen Radikals sind wir noch beschäftigt.

294. M. Giua: Über β -Naphthoyl-propionsäure.

(Eingegangen am 4. Juni 1914.)

In einer Abhandlung »Über β - β -Naphthoyl-propionsäure« beschreiben die HHrn. W. Borsche und H. Sauernheimer²⁾ die β -Naphthoyl-propionsäure als eine »bisher noch unbekannt« Säure, die sie durch Einwirkenlassen von Bernsteinsäure-anhydrid auf Naphthalin bei Gegenwart von Aluminiumchlorid erhalten haben.

In einer Abhandlung »Über α - und β -Naphthoyl-propionsäure« (Sopra gli acidi α - e β -Naftoilpropinici), die ich schon vor zwei Jahren in den Rendiconti della Società Chimica italiana³⁾ 1912, Heft IX, S. 239 veröffentlichte, habe ich nicht nur die β -Naphthoyl-propionsäure, welche ich

¹⁾ Hofmann, A. 132, 160.

²⁾ B. 47, 1645 [1914].

³⁾ Anm. der Redaktion: Diese Zeitschrift wird im Chemischen Zentralblatt nicht referiert.

unter identischen Bedingungen wie die HHrn. Borsche und Sauernheimer erhielt, sondern auch die α -Naphthoyl-propionsäure beschrieben. Diese Arbeit wurde anfangs des Jahres 1912 im I. Chemischen Institut der Universität in Berlin begonnen. Die HHrn. Borsche und Sauernheimer erhalten lediglich eine Naphthoyl-propionsäure und zwar die β , welche bei 172° schmilzt; wird diese Säure oxydiert, so gibt sie die β -Naphthoesäure, die bei 181° schmilzt. Unter denselben Bedingungen, wie sie die HHrn. Borsche und Sauernheimer anwandten, erhielt ich hingegen die beiden Isomeren α und β ; die erstere schmilzt bei 118° , die zweite bei 165° ; letztere, mit verdünnter Salpetersäure oxydiert, gibt die β -Naphthoesäure. In meiner Abhandlung beschrieb ich außerdem einige Eigenschaften der α - und β -Naphthoyl-propionsäuren.

Daß die HHrn. Borsche und Sauernheimer nur die β -Naphthoyl-propionsäure erhalten haben, erhellt aus der folgenden Beobachtung, die in meiner Abhandlung angegeben ist. S. 239 schrieb ich: »Bei der Reaktion zwischen Naphthalin und Bernsteinsäure-anhydrid bei Gegenwart von Aluminiumchlorid bilden sich die zwei Isomeren α und β in ungefähr gleichen Verhältnissen, wenn die Reaktion langsam, d. h. während zwei oder drei Tagen verläuft. Erhitzt man hingegen im Wasserbade auch nach dem Aufhören der lebhaften Reaktion des Aluminiumchlorids, so bildet sich neben einem Harz, welches die Ausbeute der Reaktion sehr erniedrigt, zum größten Teil die isomere β -Säure«.

Im Anschluß daran will ich erwähnen, daß der α -Naphthoyl-propionsäure-methylester ein Öl ist, während der β -Naphthoyl-propionsäure-methylester in farblosen Nadeln krystallisiert, die bei 74° schmelzen.

Milano, Juni 1914.

Berichtigungen.

Jahrg. 47, Heft 4, S. 719, 101 mm v. o. lies: »des Amino-lactophenins« statt »der Amino-lactophenine«.

» 47, » 4, » 719, 129 mm v. o. lies: »Nitro-phenacetin« statt »Nitro-lactophenin«