

444 Weddige: Ueber Nitrophenyläther

ergab wie früher 12 pCt. durch Erkaltung ausgeschiedene Proteinsubstanz von folgender Zusammensetzung:

		(Früher gef. Zus.)	
		Aschefrei.	Aschefrei.
C	50,74 ¹⁾	50,97	50,50
H	7,107	7,14	6,55
N	18,17	18,25	17,81
S	1,25	1,25	2,34
Asche	0,462	O 22,39	Asche 1,058
			21,97 (?) (O)

Während der Gehalt an C und N den früheren Resultaten entsprechend gefunden wurden, ist der an S nun mehr als 1 pCt., an Asche um 0,569 pCt. geringer und muss ich hieraus wohl schliessen, dass das ältere Präparat durch in der Wärme gelösten und während des Erkaltes abgeschiedenen Gyps verunreinigt war. Die zuletzt gefundene Zusammensetzung, resp. Schwefelgehalt, ist daher die richtige.

Ueber Nitrophenyläther der dreibasischen Ameisensäure;

von

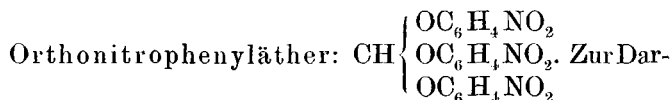
A. Weddige.

Im Anschluss an eine Arbeit über Bromäthylennitrophenyläther $C_2H_3\left\{\begin{matrix} Br \\ OC_6H_4NO_2 \end{matrix}\right.$ (Dies. Journ. Bd. 24, S. 241) habe ich zur Darstellung analoger Verbindungen die Einwirkung der Alkalisalze von Ortho- und Para-Nitrophenol auf

¹⁾ Ich verbrannte zur C- und H-Bestimmung wegen Schwerverbrennlichkeit der Substanz mit chromsaurem Blei:

0,3184 Grm. gaben 0,5923 Grm. CO₂ und 0,2037 Grm. H₂O.
 0,2368 „ „ 37,85 Cem. N bei 21,2° und 760,0 Mm. =
 0,04303 Grm. N.
 0,9672 „ gaben 0,0895 Grm. BaSO₄ = 0,01208 Grm. S.
 0,7129 „ „ 0,0033 „ Asche.

Chloroform und einige andere Chloride untersucht. Nach den bis jetzt beim Chloroform gemachten Beobachtungen entsteht aus demselben kein chlorhaltiges Produkt, sondern es wird unter Substitution sämtlicher Chloratome ein Nitroderivat des dreibasischen Ameisensäurephenyläthers gebildet. Eine von Tiemann im letzten Hefte der Ber. d. deutsch. chem. Ges. (S. 2685) veröffentlichte Notiz veranlasst mich, schon jetzt die über diese Nitrophenyläther gemachten Beobachtungen mitzutheilen.



stellung desselben werden 2 Mol. Chloroform und 3 Mol. Nitrophenolkalium mit der 4—6 fachen Menge Alkohols 10 Stunden im geschlossenen Rohr auf 140—150° erhitzt. Das tief dunkelbraune Produkt, welches eine grosse Menge freies Nitrophenol enthält, wird durch Erhitzen vom Alkohol und unzersetztem Chloroform befreit, darauf mit einer verdünnten Lösung von kohlensaurem Natron gekocht, und das ungelöst Bleibende abfiltrirt. Dasselbe ist ein dunkelbraunes Pulver, welches nach dem Trocknen, durch mehrfaches Umkrystallisiren aus heissem Alkohol in farblosen Krystallen erhalten wird. Die Ausbeute ist gering. Die Analyse des so gereinigten Körpers gab Zahlen, welche der obigen Formel entsprechen.

0,2960 Grm. Substanz lieferten 0,5797 Grm. CO₂ und 0,0865 Grm. H₂O.

	Berechnet.	Gefunden.
C	53,34	53,44
H	3,05	3,23

Der Aether krystallisirt aus heissem Alkohol, in welchem er schwer löslich ist, in feinen, farblosen ziemlich langen Nadeln, welche sich beim Trocknen zu einer filzartigen Masse vereinigen. Aus heissem Benzol wird er in kleinen Krystallwarzen abgeschieden. Sein Schmelzpunkt liegt bei 182°. Wässrige Kali- oder Natronlauge verändern ihn auch beim Kochen nicht. Durch Destillation wird er zersetzt.

Paranitrophenyläther. Derselbe wurde aus Chloroform und Paranitrophenolnatrium auf demselben Wege, wie die Orthoverbindung dargestellt. Das Rohprodukt ist ebenfalls dunkelbraun gefärbt. Der Aether wird wegen seiner Schwerlöslichkeit auch in siedendem Alkohol, am besten aus heissem Benzol unter Zusatz von Thierkohle umkrystallisirt.

Analyse des aus Benzol abgeschiedenen Körpers:

0,2737 Grm. Substanz lieferten 0,5373 Grm. CO_2 und 0,0781 Grm. H_2O .

	Berechnet.	Gefunden.
C	53,94	53,55
H	3,05	3,16

Der Paranitrophenyläther krystallisirt ebenfalls in farblosen, etwas dickeren Nadeln, welche genau bei 232° schmelzen. Gegen Alkalien verhält er sich wie die Orthoverbindung, ebenso beim Erhitzen.

Durch Reduction mit Zinn und Salzsäure gehen beide Verbindungen in krystallinische Basen über, welche voraussichtlich die Zusammensetzung: $\text{C} \begin{Bmatrix} \text{H} \\ (\text{OC}_6\text{H}_4\text{NH}_2)_3 \end{Bmatrix}$ haben. Es ist jedenfalls nicht ohne Interesse zu untersuchen, ob dieselben ähnlich dem Triamidotriphenylmethan $\text{C} \begin{Bmatrix} \text{H} \\ (\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2)_3 \end{Bmatrix}$ unter dem Einfluss von Oxydationsmitteln in Farbstoffe übergeführt werden, und gedenke ich demnächst meine Versuche darüber mitzutheilen.

Leipzig, Kolbe's Laboratorium,
den 2. December 1882.