

Salzsäure nimmt ihn mit blavioletter Farbe auf, concentrirte Schwefelsäure mit grüner Farbe, die bei Wasserzusatz in ein lebhaftes Violet umschlägt. Die Nitrosoreaction mit Phenol und concentrirter Schwefelsäure giebt die Verbindung nicht. Die Analyse bewies die oben angegebene Zusammensetzung:

0.1546 g Sbst.: 0.3947 g CO_2 , 0.0714 g H_2O . — 0.1856 g Sbst.: 0.4748 g CO_2 , 0.1005 g H_2O . — 0.1516 g Sbst.: 0.3900 g CO_2 , 0.0798 g H_2O . — 0.0998 g Sbst.: 10.3 ccm N (17.5°, 759 mm).

$\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2$. Ber. C 69.42, H 5.79, N 11.57.

Gef. » 69.63, 69.77, 70.15, » 5.13, 6.01, 5.85, » 11.91.

Durch Behandlung mit Zinn und Salzsäure in alkoholischer Lösung wird die Verbindung leicht unter Entfärbung reducirt und in eine Base verwandelt, die sich schon in der sauren Lösung an der Luft unter Blaufärbung oxydirt, im freien Zustande aber rasch verharzt.

Die mitgetheilten Versuche wurden im organischen Laboratorium der kgl. Technischen Hochschule zu Charlottenburg ausgeführt.

644. Heinrich Seidel: Ueber Derivate der Nitrophthalsäuren. [Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 4. December 1901.)

Eine Publication im vorletzten Hefte der »Berichte«, S. 3735 ff. von P. Onnertz veranlasst mich, meine Resultate, die ich im Gebiete der Derivate der Nitrophthalsäuren gewonnen habe, als kurze Mittheilung an dieser Stelle zu veröffentlichen. Eine ausführlichere Publication erfolgt demnächst in den Wiener Monatsheften.

Die beiden Nitrophthalsäuren wurden zunächst durch ihre verschiedene Löslichkeit in verdünnter Schwefelsäure bei einem Punkte getrennt, der durch eine Versuchsreihe festgestellt war. Die Reinigung wurde nach bekannten Methoden durchgeführt.

Die β -Nitrophthalsäure wurde durch Erhitzen in einem Ammoniakstrome in Nitrophthalimid, $\text{NO}_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_3(\text{CO})_2\text{NH}$ (4.1.2), übergeführt. Schmp. 202°. Das in analoger Weise hergestellte α -Imid zeigt den Schmp. 216°. Das α -Imid krystallisirt aus Aceton in gelblichweissen Nadeln, das β -Imid in gelblich schimmernden Blättchen. Durch die Anwendung der Hofmann'schen Reaction wurde das α -Imid in eine Nitroanthranilsäure, $\text{C}_6\text{H}_3(\text{COOH})(\text{NH}_2)(\text{NO}_2)$ (1.2.6), übergeführt, von ockergelber Farbe, schwach süßem Geschmack und sandig-krystallinischer Consistenz; ziemlich leicht löslich in Wasser. Schmp. 184°. Spaltet leicht die Carboxylgruppe ab unter Bildung von *m*-Nitränilin; beim Diazotiren und Verkochen entsteht *m*-Nitrophenol. Eine zweite mögliche Isomere entsteht nicht.

Durch vorsichtige Reduction erhält man *m*-Phenylendiamincarbonsäure.

Das β -Imid liefert bei gleicher Behandlung zwei Isomere, welche durch Xylol von einander getrennt wurden. In der Hauptmenge entsteht *m*-Nitranilincarbonsäure ($\text{COOH}:\text{NH}_2:\text{NO}_2 = 1:2:4$) vom Schmp. 264° , eine in Wasser fast unlösliche, orangegelbe Säure von intensiv süßem Geschmack. Sie liefert bei vorsichtiger Reduction *m*-Phenylendiamincarbonsäure, beim Diazotiren und Verkochen dagegen eine Nitrosalicylsäure (Schmp. 235°), welche reducirt die Aminosalicylsäure vom Schmp. 220° unter Zersetzung giebt.

Die andere, bereits auf zwei anderen Wegen dargestellte Säure des β -Imids ist die *p*-Nitranilincarbonsäure (Schmp. 280°). Dieselbe Säure wurde auch erhalten durch Nitriren von Acetyl-anthranilsäure als einzige Substituente der Letzteren und nachheriges Verseifen. Die Reduction liefert Acetyl-*p*-Phenylendiamincarbonsäure. Die Reduction der Nitrophthalsäuren zu freien Aminophthalsäuren wurde mittels Schwefelnatrium vorgenommen. Die α -Aminophthalsäure ist leicht löslich in Wasser und in Alkohol; verdünnte Lösungen fluoresciren grün; die Säure selbst ist rein gelb und ein mildes, voluminöses Pulver. (Schmelzpunkt nach langem Sintern bei 226° .)

Die β -Aminophthalsäure, auf demselben Wege hergestellt, lässt sich aus Alkohol gut umkrystallisiren (in Nadeln); in trockenem Zustande ist sie wegen grosser Volumverminderung (Verschwinden des Krystallalkohols?) dem Aussehen nach nicht von der α -Säure zu unterscheiden. Sie schmilzt über 280° .

α -Nitrophthalimid. Ber. C 50.00, H 2.09, N 14.58.
Gef. » 50.12, » 2.26, » 14.69.

β -Nitrophthalimid. Ber. C 50.00, H 2.09, N 14.58.
Gef. » 49.74, » 2.43, » 14.77.

α -Nitroanthranilsäure ($\text{COOH}:\text{NH}_2:\text{NO}_2 = 1:2:6$).

Ber. C 46.15, H 3.29, N 15.38.

Gef. » 45.92, » 3.42, » 15.45.

m-Nitranilincarbonsäure ($\text{COOH}:\text{NH}_2:\text{NO}_2 = 1:2:4$).

Ber. C 46.15, H 3.29, N 15.38.

Gef. » 45.98, » 3.42, » 15.72.

Deren Aethylester (Schmp. 89°). Ber. C 51.43, H 4.76, N 13.33.

Gef. » 51.28, » 4.99, » 13.47.

Deren Acetylderivat (Schmp. 188°). Ber. C 48.21, H 3.57, N 12.50.

Gef. » 48.15, » 3.69, » 12.72.

Nitrosalicylsäure ($\text{COOH}:\text{OH}:\text{NO}_2 = 1:2:4$).

Ber. C 45.90, H 2.73, N 7.65.

Gef. » 45.75, » 2.76, » 7.84.

m-Aminosalicylsäure ($\text{COOH}:\text{OH}:\text{NH}_2 = 1:2:4$).

Ber. C 54.90, H 4.57, N 9.15.

Gef. » 54.75, » 4.75, » 9.16.

m-Nitroanilin aus α -Nitroanthranilsäure. Ber. N 20.28. Gef. N 20.53.

Salzsaures Salz der *m*-Phenylendiamincarbonsäure.

Ber. N 12.44. Gef. N 12.66.

p-Nitranilincarbonsäure ($\text{COOH}:\text{NH}_2:\text{NO}_2 = 1:2:5$).

Ber. N 15.38. Gef. N 15.37.

p-Nitrosalicylsäure. Ber. N 7.65. Gef. N 8.04.

Äthylester der *p*-Nitroanilincarbonsäure (Schmp. 146°).

Ber. N 13.33. Gef. N 13.35.

Acetylderivat derselben. Ber. C 48.21, H 3.57, N 12.50.

Gef. » 48.00, » 3.77, » 12.56.

Aminophtalsäure. Ber. C 53.04, H 3.87, N 7.73.

α - » Gef. » 53.12, » 3.77, » 7.99.

β - » » » 53.13, » 3.53, » 7.85.

Die Arbeit, bis auf die Nitrirung der Acetylanthranilsäure und die Darstellung der Aminophtalsäuren, wurde gemeinschaftlich mit Hrn. J. C. Bittner durchgeführt. Die Verfahren sind von der Ersten Oesterreichischen Sodafabrik in Hruschau zum Patent angemeldet.

Wien, k. k. Technologisches Gewerbemuseum, 1. Dec. 1901.

645. Dritter Bericht der Commission für die Festsetzung der Atomgewichte.

(Mitglieder: H. Landolt, W. Ostwald, K. Seubert.)

(Eingegangen am 4. December 1901.)

Am Schlusse ihres zweiten Berichtes (s. diese Berichte 33, 1847—1883 [1900]) hatte die Commission weitere Kreise der Fachgenossen, so namentlich die Lehrer der Chemie und die analytischen Praktiker Deutschlands, zur Meinungsäußerung über die zur Discussion gestellten Punkte eingeladen. Von dieser Aufforderung ist nur in beschränktem Maasse Gebrauch gemacht worden, wohl auch in Folge des Umstandes, dass die Delegirten des Vereins Deutscher Chemiker zur grossen internationalen Commission fast gleichzeitig eine Umfrage versandt hatten, die den betreffenden Kreisen Gelegenheit gab, sich zur Sache zu äussern. Das uns freundlichst zur Verfügung gestellte Material ist in Nachstehendem gleichfalls verwendet.