

weise widersprechend und komplizierten die Verhältnisse stark. Vielleicht wurden die Schwierigkeiten auch durch falsche Zuordnung der Interferenzen vergrößert. Die Tabellen 8, 9 und 10 (S. 262) enthalten die meisten der bisher bekanntgewordenen Werte, und zwar getrennt nach den verwendeten Elektronengeschwindigkeiten.

Die Messungen mit schnellen Elektronen zeigen untereinander wesentlich bessere Übereinstimmung, so daß wohl die Berechtigung besteht, den Endwert des inneren Potentials als wirkliche Materialkonstante anzusehen. Inwieweit diese Konstante späterhin noch physikalische Bedeutung gewinnen wird, ist nicht abzusehen. Außer dem von Yamaguti (82) sowie von Thießen u. Schoon (81) diskutierten Einfluß der Oberflächengitterkonstanten auf den Brechungseffekt muß nach Molière (83) auch die Absorption der Elektronen in der Grenzfläche — etwa durch adsorbierte Schichten — den Verlauf des gemessenen inneren Potentials verändern. Deutlich treten Unterschiede in Φ_0 für verschiedene kristallographische Ebenen auf, die bisher jedoch in keiner Weise geklärt sind. Zusammenhänge zwischen innerem Potential und Elektronenaustrittsarbeit bestehen sicherlich gleichfalls, wenn sie auch nicht so einfach sein werden, wie von Bethe (84) angenommen wurde.

7. Weitere Anwendungsmöglichkeiten der Elektronenbeugung.

Die Verwendbarkeit der Methode für viele Gebiete der Metallkunde, zum Studium der Passivierungserscheinungen und der Korrosionsvorgänge wurde vom Verfasser in einem eingehenden Sammelreferat (85) bereits behandelt, auf das verwiesen werden mag. Die Verfolgung der Vorgänge bei der Formierung von Oxydkathoden in Elektronenröhren war ebenfalls bereits Gegenstand von Untersuchungen (86), (87). Die Aufgabe, Adsorptionsprozesse und Katalysen mittels Elektroneninterferenzen in ihrem Verlauf zu beobachten, ist bisher noch nicht bearbeitet worden.

In kurzen Umrissen ist eine Anzahl wichtiger Beispiele für die Anwendung der Elektroneninterferenzmessungen besprochen worden, welche zwar bei weitem nicht alle Möglichkeiten darstellen werden, die jedoch dem Chemiker und Physiker als Anregung dienen können, wie die neue Methodik Nutzen bringen kann. Das beigefügte Literaturverzeichnis will nicht vollständig sein, umfaßt jedoch einen großen Teil der neueren Literatur. [A. 19.]

Schrifttum:

- (48) R. Wierl, Ann. Physik 8, 521 [1931]. — (49) L. O. Brockway, Rev. mod. Physics 8, 231 [1936]. — (50) S. Glasstone, Ann. Rep. chem. Soc. 33, 65 [1936]. — (51) C. Degard, Ind. chim. Belge (2) 7, 443 [1936]. — (52) P. A. Thießen u. Th. Schoon, Z. physik. Chem. Abt. B 36, 216 [1937]. — (53) R. Rigamonti, Gazz. chim. ital. 66, 174 [1936]. — (54) Th. Schoon, Z. physik. Chem. Abt. B 39, 385 [1938]. — (55) N. A. Shishacow, C. R. Acad. Sci., U. R. S. S. Ser. A. [russ.: Doklady Akademii Nauk S. S. S. R. Sser. A.] 15, 127 [1937]; Chem. Ztrbl. 1937, II, 1140. — (56) S. B. Hendricks, Z. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristallchem. (Abt. A d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.) 95, 247 [1936]. — (57) M. A. Rollier, S. B. Hendricks u. L. R. Maxwell, J. Chem. Physics 4, 648 [1936]. — (58) W. E. Laschkarew u. J. D. Ussyskin, Z. Physik 85, 618 [1933]. — (59) V. A. Johnson u. H. M. James, Physic. Rev. (2) 53, 327 [1938]. — (60) S. Fordham u. J. T. Tyson, J. chem. Soc. London 1937, S. 483. — (61) D. H. Clewell, Ind. Engng. Chem. 29, 650 [1937]. — (62) Z. B. C. A. Murison, Philos. Mag. J. Sci. 17, 201 [1934]; L. T. Andrew, Trans. Faraday Soc. 32, 607 [1936]. — (63) G. J. Finch u. A. L. Williams, ebenda 33, 564 [1937]. — (64) A. G. Quarrel, Proc. phys. Soc. 49, 279 [1937]. — (65) Z. B. G. J. Finch, A. G. Quarrel u. Wilman, Trans. Faraday Soc. 31, 1050 [1935]; G. D. Preston u. L. L. Bircumshaw, Philos. Mag. J. Sci. 21, 713 [1936]; G. L. Clark u. E. Wolhuis, J. appl. Physics 8, 630 [1937]. — (66) O. Beilby: Aggregation and Flow of Solids, London, Macmillan 1921. — (67) G. P. Thomson, Proc. Roy. Soc., London, Ser. A 128, 649 [1930]. — (68) R. C. French, ebenda 140, 637 [1933]. — (69) H. Raether, Z. Physik 82, 86 [1933]. — (70) F. Kirchner, Erg. d. exakten Naturwiss. 11, 112 [1932]; Nature 129, 545 [1932]; Trans. Faraday Soc. 31, 1114 [1935]. — (71) W. Cochran, Proc. Roy. Soc., London, Ser. A 166, 228 [1938]. — (72) E. Plessing, Physik. Z. 39, 618 [1938]. — (73) H. G. Hopkins, Trans. Faraday Soc. 31, 1095 [1935]. — (74) C. S. Lees, ebenda 31, 1102 [1935]. — (75) G. J. Finch u. H. Wilman, Nature 138, 1010 [1936]. — (76) D. Beischer, Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 44, 375 [1938]. — (77) M. v. Laue, Z. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristallchem. (Abt. A d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.) 84, 1, [1933]. — (78) F. W. Jones, Proc. Roy. Soc., London, Ser. A 166, 16 [1938]. — (79) J. E. Lennard-Jones u. B. M. Dent, ebenda 121, 247 [1928]. — J. E. Lennard-Jones, Z. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristallchem. (Abt. A d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.) 75, 215 [1930]. — (80) G. J. Finch u. S. Fordham, Proc. phys. Soc. 48, 85 [1936]. — (81) P. A. Thießen u. Th. Schoon, Z. physik. Chem. Abt. B 36, 195 [1937]. — (82) T. Yamaguti, Proc. phys.-math. Soc. Japan 16, 95 [1934]. — (83) K. Molière, Ann. Physik, März 1939. — (84) E. Bethe, ebenda 87, 555 [1928]. — (85) Th. Schoon, Metallwirtsch., Metallwiss., Metalltechn. 17, 203 [1938]. — (86) H. Gaertner, Philos. Mag. J. Sci. 19, 82 [1935]. — (87) J. A. Darbyshire, Proc. phys. Soc. 50, 635 [1938]. — (88) P. A. Thießen u. H. Schütza, Z. anorg. allg. Chem. 233, 35 [1937]. — (89) P. P. Debye, Physik. Z. 40, 66 [1939]. — (90) P. P. Debye u. M. H. Pirene, Ann. Physik, 33, 617 [1938].

Keimtötende Wirkung und chemische Konstitution der isomeren Xylenole und ihrer Monohalogenderivate¹⁾

Berichtigung der Mitteilung von Lockemann und Kunzmann

Von Dr. K. Heicken, Institut für Infektionskrankheiten „Robert Koch“

Eingeg. 27. Februar 1939

Die Nachprüfung der Versuchsergebnisse der früheren Veröffentlichung ergab, daß die von Dr. Kunzmann angegebenen Schmelz- bzw. Siedepunkte der Halogenderivate (Tab. 1 der Mitteilung) mit Ausnahme von 2 Verbindungen

¹⁾ Anmerkung: Die Prüfung der keimtötenden Wirkung der Halogenderivate der 6 isomeren Xylenole hatte ich vor mehreren Jahren zusammen mit Dr. Kunzmann, einem meiner damaligen wissenschaftlichen Mitarbeiter, ausgeführt, um festzustellen, ob innerhalb dieses eng umgrenzten Gebietes ein bestimmter Zusammenhang zwischen chemischer Konstitution und keimtötender Wirkung erkennbar sei (vgl. diese Ztschr. 46, 296 [1933]). Die damals noch unbekannten Halogenderivate (einige Chlor- und Brom- und sämtliche Jodxylenole) hatte Dr. Kunzmann in einer selbständigen Arbeit dargestellt. Später ergaben sich bei genauer Nachprüfung verschiedene Unstimmigkeiten, die eine völlige Neubearbeitung und Wiederholung der gesamten Untersuchungen erforderlich machten. Auf meine Veranlassung hat Dr. Heicken die Aufgabe der präparativen Darstellung der isomeren Halogenxylenole übernommen, und mit diesen neuen Präparaten haben wir dann auch noch einmal die Desinfektionsversuche durchgeführt. Die Ergebnisse der chemi-

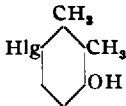
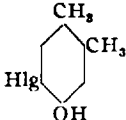
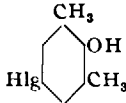
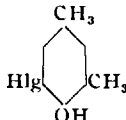
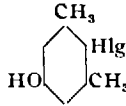
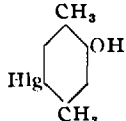
(Nr. 3 und 23) nicht richtig sind und die angeführten chemischen Eigenschaften nur teilweise dem tatsächlichen Verhalten dieser Verbindungen entsprechen. Trotz mannigfacher Änderungen der Versuchsbedingungen gelang es nicht, die Jodderivate nach dem angegebenen Verfahren darzustellen. Bei Durchsicht der Literatur wurde ferner gefunden, daß einige Verbindungen, die als neu dargestellt bezeichnet wurden, bereits bekannt waren.

In der folgenden Tabelle (S. 264) sind die Formeln der 6 isomeren Xylenole, die Konstitutionsformeln der entsprechenden Halogenderivate und die korrigierten Schmelz- bzw. Siedepunkte der einzelnen Verbindungen angeführt. Die Verbindungen sind fortlaufend mit 1—24 numeriert. Im Text werden diese Nummern zur Kennzeichnung der betreffenden Verbindung benutzt.

schon Untersuchungen von Dr. Heicken sind somit an Stelle der früher veröffentlichten Angaben von Dr. Kunzmann zu setzen.

Georg Lockemann.

Tabelle.

Isomerien		Xylenol	Cl-Derivate	Br-Derivate	J-Derivate
I.		1 1.2.3 Fp. 75°	2 1.2.3.6 Fp. 84,5°	3 1.2.3.6 Fp. 91° n	4 1.2.3.6 Fp. 86° n
II.		5 1.2.4 Fp. 65°	6 1.2.4.5 Fp. 72°	7 1.2.4.5 Fp. 80°	8 1.2.4.5 Fp. 67,5° n
III.		9 1.3.2 Fp. 49°	10 1.3.2.5 Fp. 83° n	11 1.3.2.5 Fp. 79,5°	12 1.3.2.5 Fp. 105° n
IV.		13 1.3.4 Fp. 27°	14 1.3.4.5 Kp. 100—101° 16 mm	15 1.3.4.5 Kp. 100—101° 13 mm	16 1.3.4.5 Kp. 123—124° 16 mm n
V.		17 1.3.5 Fp. 64°	18 1.3.5.2 Fp. 115°	19 1.3.5.2 Fp. 115,5°	20 1.3.5.2 Fp. 131° n
VI.		21 1.4.2 Fp. 74,5°	22 1.4.2.5 Fp. 74°	23 1.4.2.5 Fp. 87,5°	24 1.4.2.5 Fp. 97,5° n

I. Darstellung der Monochlorderivate.

Die Monochlorverbindungen wurden durch Chlorierung mit der berechneten Menge Sulfurylchlorid in Eisessig nach der angegebenen Methode dargestellt¹⁾; die Ausbeuten waren 100%ig. Die Rohprodukte wurden aus Wasser umkristallisiert, dem eine Spur NaHSO₃ zugesetzt wurde, um Verharzung der Substanzen zu verhindern. Die Chlorderivate konnten in Form von farblosen, seidenglänzenden Nadeln erhalten werden, deren Schmelzpunkte in der Tabelle angegeben sind. Sämtliche Monochlorverbindungen sind in Methyl-, Äthylalkohol, Eisessig und Benzol leicht löslich, schwerer in Petroläther, die Löslichkeit in Wasser ist gering.

Nr. 10. Chlorxylenol 1.3.2.5²⁾.
Farblose Nadeln. Fp. 83°.

5,178 mg Sbst.: 11,610 mg CO₂, 2,690 mg H₂O.
C₈H₇OCl (156,57). Ber.: C 61,31; H 5,79. Gef.: C 61,16; H 5,60.
117,0 mg Sbst.: 109,2 mg AgCl.
Ber.: Cl 22,66. Gef.: Cl 23,07.

Mit Ausnahme dieses Derivates sind die übrigen Chlorverbindungen von anderer Seite bereits beschrieben.

Nr. 2 Chlorxylenol 1.2.3.6. Fp. 84,5°.
Hinkel, Collins u. Ayling, J. chem. Soc. London 123, 2968 [1923].Nr. 6 Chlorxylenol 1.2.4.5. Fp. 72°.
Hinkel, Collins u. Ayling, J. chem. Soc. London 123, 2973 [1923].
Mc-Clement u. Smiles, ebenda 1937 I 1016.Nr. 14 Chlorxylenol 1.3.4.5. Kp. = 100—101° (16 mm).
Bamberger u. Reber, Ber. dtsh. chem. Ges. 40, 2268 [1907], 46, 798 [1913].

²⁾ Das Chlorxylenol Nr. 10 ist in einer Mitteilung von Busch u. Schmidt (Ber. dtsh. chem. Ges. 62, 2618 [1929]) erwähnt. Auf Anfrage teilte mir Herr Geheimrat Busch freundlicherweise mit, daß in der Bezeichnung des Derivates ein Versehen unterlaufen sei und daß es sich bei dem in Frage stehenden Derivat um das 1,3-Dimethyl-5-oxy-2-chlor-benzol (Nr. 18 der Tab.) handelt.

Nr. 18 Chlorxylenol 1.3.5.2. Fp. 115°.
Raschig, diese Ztschr. 25, 1944 [1912].
Lesser u. Gad, Ber. dtsh. chem. Ges. 56, 974 [1923].Nr. 22 Chlorxylenol 1.4.2.5. Fp. 74°.
Lesser u. Gad, Ber. dtsh. chem. Ges. 56, 977 [1923].

Die chemischen Eigenschaften, die Schmelz- und Siedepunkte stimmten mit den Angaben der Literatur überein.

II. Darstellung der Monobromderivate.

Die Bromxylenole wurden durch Bromierung der Xylenole mit der berechneten Menge Brom in Eisessig dargestellt. Die Reaktion verlief glatt und mit fast 100%iger Ausbeute. Die Rohprodukte wurden durchweg aus Wasser umkristallisiert. Nach mehrmaligem Umkristallisieren erhält man farblose, seidenartige Nadeln. Für die Bromxylenole gelten die gleichen Löslichkeitsverhältnisse wie für die Chlorverbindungen. Die korrigierten Schmelzpunkte der Bromxylenole sind in der Tabelle angeführt.

Nr. 3 Bromxylenol 1.2.3.6.
Farblose Nadeln. Fp. 91°.

4,558 mg Sbst.: 7,950 mg CO₂; 1,890 mg H₂O.
C₈H₇OBr (201,03). Ber.: C 47,76; H 4,51. Gef.: C 47,58; H 4,49.
10,392 mg Sbst.: 9,830 mg AgBr.
Ber.: Br 39,76. Gef.: Br 40,26.

Short, Stromberg u. Wiles (J. chem. Soc. London 1936, I, 319) stellten inzwischen diese Verbindung ebenfalls her. (Fp. 92°.) Die Bromderivate Nr. 7 u. 19, in der Arbeit als neu dargestellt bezeichnet, sind bereits bekannt gewesen.

Nr. 7 Bromxylenol 1.2.4.5. Fp. 80°.
Crossley u. Bartlett, J. chem. Soc. London 103, 1299 [1913].Nr. 11 Bromxylenol 1.3.2.5. Fp. 79,5°.
Auwers u. Markovits, Ber. dtsh. chem. Ges. 41, 2336 [1908].Nr. 15 Bromxylenol 1.3.4.5. Kp. 100—101° (13 mm).
Bamberger u. Reber, Ber. dtsh. chem. Ges. 46, 807 [1913].Nr. 19 Bromxylenol 1.3.5.2. Fp. 115,5°.
Auwers, Borsche u. Weller, Ber. dtsh. chem. Ges. 54, 1310 [1921].Nr. 23 Bromxylenol 1.4.2.5. Fp. 87,5°.
Jakobsen, Ber. dtsh. chem. Ges. 11, 27 [1878].
Auwers u. Erkelenz, Liebigs Ann. Chem. 302, 113 [1898].

Die Schmelzpunkte und Eigenschaften stimmten mit den Angaben der Literatur überein. Die Brom- sowie die Chlorxylenole hatten in allen nachweisbaren Fällen die nach der Substitutionsregel zu erwartende Konstitution. Sie waren identisch mit den von anderen Autoren isolierten Chlor- und Bromxylenolen, deren Konstitution durch die Synthese bewiesen ist.

III. Darstellung der Jodxylenole.

Die Darstellung der Jodxylenole nach dem angegebenen Verfahren durch Diazotierung der entsprechenden Aminoxylenole und Ersatz der Diazogruppe durch Jod gelang nicht. Trotz mannigfacher Änderungen der Diazotierungsbedingungen wurden stets vollkommen verharzte Produkte erhalten. Deshalb wurde versucht, diese Verbindungen durch Diazotierung von Aminoxylenolen mit benzoyleierten Hydroxylgruppen und nachträglicher Abspaltung des Benzoylrestes darzustellen. Diese Versuche schlugen gleichfalls fehl. Schließlich gelang es, die 6 isomeren Jodxylenole, wenn auch mit schlechten Ausbeuten, durch direkte Jodierung der Xylenole mit Jodstickstoff in statu nascendi zu gewinnen, nach einem von Data u. Prosd³⁾ angegebenen Verfahren, das in folgender abgeänderter Form zur Anwendung kam:

10 g Xylenol, in 400 cm³ 12%iger Ammoniaklösung suspendiert, werden bis zum Schmelzen des Xylenols erwärmt. Unter kräftigem Turbinieren läßt man das Gemisch auf Zimmertemperatur

³⁾ J. Amer. chem. Soc. 89, 444 [1917].

erkalten. Dann erfolgt, unter stetem Rühren, die Zugabe einer Lösung von 12 g Jod und 30 g Kaliumjodid in 250 cm³ Wasser. Das Reaktionsgemisch trübt sich anfangs, und gegen Ende der Reaktion scheidet sich eine braun oder violett gefärbte zähflüssige Masse ab.

Die Isolierung der Jodxylenole aus diesem Reaktionsprodukt erfolgte für jedes Derivat in besonderer Weise und wird deshalb für jede Verbindung kurz beschrieben.

1. Jodderivate des Xylenols 1.2.3.

a) Monojodderivat (Nr. 4 in Tab. I). Am Ende der Jodierung befindet sich am Boden des Reaktionsgefäßes ein harziges, tief violett gefärbtes Produkt, das abfiltriert und in einem Säbelkolben bei 16 mm Druck einer Destillation unterworfen wurde. Das Destillat, ein braun gefärbtes Öl, erstarrt nach längerem Stehen. Aus Wasser oder Ligroin umkristallisiert, erhält man farblose Nadeln. *mp.* = 86°.

4,770 mg Sbst.: 4,500 mg AgJ.
C₈H₉OJ (248,03). Ber.: J 51,18. Gef.: J 51,81.

b) Dijodderivat. Beim Ansäuern des Filtrats mit Salzsäure scheidet sich ein gelbes Öl ab, das nach mehrstündigem Stehen wachsartig erstarrt. Die wachsartige Masse, ein Gemisch aus Mono- und Dijodderivat, wird auf Ton abgepreßt. Es hinterbleiben fast farblose Kristalle, die nach Umkristallisieren aus einem Alkohol-Wasser-Gemisch farblose Nadeln bilden. *mp.* = 84,5°.

5,054 mg Sbst.: 4,790 mg CO₂; 0,900 mg H₂O.
C₈H₈O₂ (273,04). Ber.: C 25,07; H 2,16. Gef.: C 25,86; H 2,19.
17,520 mg Sbst.: 21,935 mg AgJ.
Ber.: J 67,84. Gef.: J 67,67.

2. Monojodderivat des Xylenols 1.2.4 (Nr. 8 in Tab. I).

Nach der Jodierung des Xylenols wird die Reaktionsflüssigkeit angesäuert und mit Äther ausgeschüttelt. Der Äther wird getrocknet und verdampft. Der Rückstand, ein braunes Öl, wird im Vakuum fraktioniert destilliert. Die 1. Fraktion, die bis 118° bei 20 mm Druck übergeht, enthält vorwiegend unverändertes Ausgangsmaterial. Die zwischen 135 und 140° übergehende Fraktion, ein gelbes Öl, wird mit Wasserdampf destilliert. Im Destillat sammeln sich farblose Schüppchen an, die nach Umkristallisation aus Wasser farblose Nadeln bilden. *mp.* = 67,5°.

5,080 mg Sbst.: 7,190 mg CO₂; 1,710 mg H₂O.
C₈H₉OJ (248,03). Ber.: C 38,70; H 3,66. Gef.: C 38,64; H 3,77.
13,850 mg Sbst.: 13,200 mg AgJ.
Ber.: J 51,18. Gef.: J 51,73.

3. Monojodderivat des Xylenols 1.3.2 (Nr. 12 der Tab. I).

Am Ende der Jodierung wird das Reaktionsgemisch angesäuert und mit Wasserdampf destilliert. Es geht ein braun gefärbtes Öl über, das nach längerem Stehen erstarrt. Nach mehrmaliger Umkristallisation aus Wasser erhält man farblose, verfilzte Nadeln. *mp.* = 105°.

4,786 mg Sbst.: 6,785 mg CO₂; 1,520 mg H₂O.
C₈H₉OJ (248,03). Ber.: C 38,70; H 3,66. Gef.: C 38,68; H 3,55.
13,061 mg Sbst.: 12,270 mg AgJ.
Ber.: J 51,18. Gef.: J 50,80.

4. Monojodderivat des Xylenols 1.3.4 (Nr. 16 der Tab. I).

Nach Jodierung des Xylenols 1.3.4 wird die Reaktionsflüssigkeit angesäuert und mit Äther extrahiert. Der Äther wird getrocknet und verdampft. Der Rückstand, ein braun gefärbtes Öl, wird im Vakuum destilliert. Die 1. Fraktion, die bei 16 mm und 100–110° überdestilliert, besteht vorwiegend aus unverändertem Ausgangsmaterial. Die 2. Fraktion geht bei 16 mm und 120–124° über. Nach wiederholter Destillation der 2. Fraktion erhält man eine schwach gelb gefärbte Flüssigkeit mit dem Siedepunkt 123–124° bei 16 mm Druck.

4,810 mg Sbst.: 6,885 mg CO₂; 1,620 mg H₂O.
C₈H₉OJ (248,03). Ber.: C 38,70; H 3,66. Gef.: C 39,05; H 3,77.
17,380 mg Sbst.: 16,240 mg AgJ.
Ber.: J 51,18. Gef.: J 50,46.

5. Jodderivate des Xylenols 1.3.5.

a) Trijodxylenol 1.3.5.2.4.6. Während der Jodierung fällt aus dem Reaktionsgemisch eine kristalline Substanz aus, die am Ende der Reaktion abfiltriert wird. Die Kristalle werden mit kaltem Alkohol gewaschen. Aus Ligroin oder Alkohol umkristallisiert, erhält man kleine farblose Nadeln, die bei 177° unter Braunfärbung schmelzen.

5,024 mg Sbst.: 3,555 mg CO₂; 0,640 mg H₂O.
C₈H₆O₃ (409,86). Ber.: C 19,20; H 1,44. Gef.: C 19,13; H 1,43.
16,584 mg Sbst.: 23,210 mg AgJ.
Ber.: J 76,18. Gef.: J 75,59.

Nach den Analysenergebnissen liegt ein Trijodxylenol vor. Die Verbindung ist identisch mit dem von *Bordeianu*⁴⁾ dargestellten 1.3-Dimethyl-5-oxy-2.4.6-trijod-benzol (*fp.* = 175 bis 176° Zers.).

b) Monojodderivat (Nr. 20 der Tab. I). Das ammoniakalische Filtrat wird mit Salzsäure angesäuert. Es scheidet sich ein braunes Öl ab, das mit Äther ausgeschüttelt wird. Der Äther wird getrocknet und verdampft. Der Rückstand wird im Vakuum (Säbelkolben) destilliert. Es geht eine braune Flüssigkeit über, die nach kurzer Zeit erstarrt. Nach Umkristallisation aus Wasser erhält man kleine farblose Nadeln. *mp.* = 131°.

5,135 mg Sbst.: 7,170 mg CO₂; 1,710 mg H₂O.
C₈H₉OJ (248,03). Ber.: C 38,70; H 3,66. Gef.: C 38,09; H 3,73.
9,036 mg Sbst.: 8,640 mg AgJ.
Ber.: J 51,18. Gef.: J 51,67.

6. Jodderivate des Xylenols 1.4.2.

a) Monojodderivat (Nr. 24 der Tab. I). Nach erfolgter Jodierung wird das Reaktionsgemisch mit Salzsäure angesäuert und ausgeäthert. Der Äther wird getrocknet und verdampft. Der Rückstand, eine zähflüssige, braune Substanz, wird im Säbelkolben fraktioniert destilliert. Die 1. Fraktion, die bei 20 mm Druck und 160° übergeht, erstarrt nach kurzem Stehen. Nach Umkristallisation aus Wasser erhält man farblose Nadeln. *mp.* = 97,5°.

4,957 mg Sbst.: 7,005 mg CO₂; 1,620 mg H₂O.
C₈H₉OJ (248,03). Ber.: C 38,70; H 3,66. Gef.: C 38,55; H 3,66.
7,630 mg Sbst.: 7,100 mg AgJ.
Ber.: J 51,18. Gef.: J 50,71.

b) Dijodderivat. Die 2. Fraktion destillierte bei 20 mm Druck zwischen 170–180° über. Sie konnte aus einem Gemisch von Alkohol und Wasser umkristallisiert werden. Farblose, seiden-glänzende Nadeln. *mp.* = 61,5°. Nach den Analysenergebnissen ist dieser Körper ein Dijodderivat des 1.4.2-Xylenols und vermutlich identisch mit dem von *Bordeianu*⁵⁾ dargestellten 1.4-Dimethyl-3-oxy-2.6-dijod-benzol (*fp.* = 63°).

5,008 mg Sbst.: 4,710 mg CO₂; 0,900 mg H₂O.
C₈H₈O₂ (273,04). Ber.: C 25,07; H 2,16. Gef.: C 25,06; H 2,14.
14,301 mg Sbst.: 18,060 mg AgJ.
Ber.: J 67,84. Gef.: J 67,91.

*Bordeianu*⁶⁾ stellte unabhängig von uns, nach einem ähnlichen Verfahren, das 1.2-Dimethyl-4-oxy-5-jod-benzol (*fp.* = 66–67°), das 1.3-Dimethyl-2-oxy-5-jod-benzol (*fp.* = 104°) und das 1.4-Dimethyl-3-oxy-6-jod-benzol (*fp.* = 98°) her. Die angegebenen Schmelzpunkte stimmen mit den Schmelzpunkten der von uns dargestellten Jodderivate überein. Von *Data u. Prosad*⁷⁾ wurde die Monojodverbindung von 1.4.2-Xylenol dargestellt. Auf Grund der angegebenen Eigenschaften ist jedoch zu schließen, daß dieses Derivat nicht vorlag.

Desinfektionsversuche.

Die vergleichende Prüfung der keimtötenden Wirkung der isomeren Xylenole und ihrer Halogenderivate erfolgte nach dem auch von *Lockemann* u. *Kunzmann* angewandten Aufschwemmungsverfahren. Die Ergebnisse, die an anderer Stelle ausführlich veröffentlicht werden sollen, weichen von den früheren nicht unerheblich ab. Zusammenfassend kann folgendes gesagt werden:

Während die 6 isomeren Xylenole auf die geprüften Keimarten *Bact. coli* und *Staphylococcus pyogenes aureus* alle ungefähr gleich stark wirkten, etwa fünfmal so stark wie Phenol, tritt bei den Halogenderivaten der Einfluß der Stellungsisomerie deutlicher hervor. Die Chlor- und Bromderivate der Xylenole I, V und VI wirkten durchschnittlich 50–70mal stärker als Phenol, die der Xylenole II, III und IV dagegen nur etwa 15–20mal so stark. Die in kaltem Wasser unlöslichen Jodderivate waren auch durch Vermischen mit Seife nicht in genügender Weise in Lösung zu bringen, so daß auf die Prüfung ihrer keimtötenden Wirkung in wäßriger Lösung verzichtet werden mußte.

[A. 22.]

⁴⁾ Ann. sci. Univ. Jassy Sect. I 23, 240 [1937].

⁵⁾ Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. 272, 8 [1934].

⁶⁾ Ann. sci. Univ. Jassy Sect. I 23, 218 [1937].

⁷⁾ L. c.