

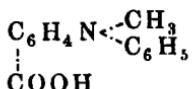
417. W. Michler und A. Sarauw: Ueber Methylphenylamidobenzoësäure.

(Eingegangen am 27. September; verl. in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Durch Einwirkung von Chlorkohlenoxyd auf tertäre aromatische Amine entstehen bekanntlich Chloride aromatischer Amidosäuren¹⁾. In der Absicht, eine Methylphenylamidobenzoësäure zu erhalten, haben wir dieses Gas auf Methyldiphenylamin einwirken lassen. Das käufliche Produkt ist nicht rein. Es wurde zuerst, um es von dem beigemengten Diphenylamin zu trennen, mehrere Stunden mit Essigsäureanhydrid erhitzt. Alsdann wurde das Methyldiphenylamin abdestillirt und noch einige Male rektificirt. Da die Acetylverbindung des Diphenylamins erst über 360° C. unzersetzt siedet, so lassen sich die beiden Amine auf diese Weise leicht von einander trennen.

Das so gereinigte Produkt wurde nun der Einwirkung von Chlorkohlenoxyd unterworfen. Während nun andere Amine schon bei gewöhnlicher Temperatur auf Chlorkohlenoxyd einwirken, ist die Reaktion dieser beiden Körper eine äusserst träge. Am besten geht die Umsetzung vor sich, wenn man Methyldiphenylamin in Benzol löst, und unter Eisabkühlung in die Lösung Chlorkohlenoxyd bis zur Sättigung einleitet. Alsdann erhitzt man im zugeschmolzenen Rohr auf 100° C. während ca. 6 Stunden. Beim Oeffnen der Röhre ist immer noch freies Chlorkohlenoxyd vorhanden, ebenso auch freies Methyldiphenylamin, das bei der Reaktion nicht angegriffen wurde. Man destillirt das Benzol ab und digerirt den Rückstand mit Wasser, um das Säurechlorid in die entsprechende Carbonsäure überzuführen. Alsdann versetzt man die Masse mit Ammoniak. Nach dem Abfiltriren und Concentriren der ammoniakalischen Flüssigkeit scheidet sich auf Zusatz von Essigsäure ein röthlich gefärbter Niederschlag ab; derselbe wird in heissem Alkohol gelöst und krystallisiert daraus in farblosen Blättchen. Schmelzpunkt 184° C.

Eine Verbrennung gab für Methylphenylamidobenzoësäure von der Zusammensetzung

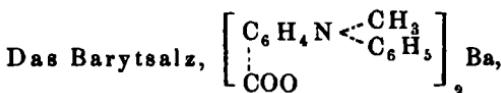


stimmende Zahlen.

	Berechnet	Gefunden
C	73.7	74.0 pCt.
H	6.0	5.7 -

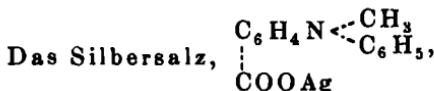
Beim Erhitzen der freien Säure mit concentrirter Salzsäure im zugeschmolzenen Rohr wird sie bei einer Temperatur von ca. 200° C. zersetzt in Diphenylamin, Kohlensäure und Chlormethyl.

¹⁾ W. Michler, diese Berichte IX, 400.



wurde erhalten durch Digeriren der freien Säure mit Barythhydrat und Fällen des überschüssigen Baryts mit Kohlensäure. Es bildet schneeweisse, perlmutterglänzende Blättchen. Eine Barytbestimmung ergab:

	Berechnet	Gefunden
Ba	21.92	21.93 pCt.



wurde erhalten durch Fällen des Barytsalzes mit salpetersaurem Silber. Es bildet einen weissen, amorphen Niederschlag. Eine Silberbestimmung ergab:

	Berechnet	Gefunden
Ag	32.28	32.33 pCt.

Wir haben auch die Einwirkung von Chlorkohlenoxyd auf einige Diazoamidooverbindungen zum Gegenstand der Untersuchung gemacht und hoffen hierüber in Bälde zu berichten.

Zürich, Laboratorium des Prof. V. Meyer.

418. W. Michler und E. Keller: Ueber mehrfach substituirte Harnstoffe.

(Eingegangen am 27. September; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Einwirkung von Chlorkohlenoxyd auf Triphenylguanidin.

Löst man Triphenylguanidin in Benzol und leitet in die Lösung gasförmiges Chlorkohlenoxyd ein, so scheidet sich bald ein Niederschlag von salzaurem Triphenylguanidin ab. Nachdem die Lösung mit Chlorkohlenoxyd stark übersättigt war, wurde nach einigem Stehen das Chlorhydrat abfiltrirt und die Benzollösung verdunstet. Hierbei blieb als Rückstand ein gefärbter Syrup, der nach einigem Stehen vollkommen fest und krystallinisch erstarrte. Derselbe liess sich durch Umkristallisiren aus Schwefelkohlenstoff ziemlich leicht reinigen und wurde in hübschen, farblosen Täfelchen erhalten. Der Schmelzpunkt liegt bei 134°C .

Die Analysen dieses Körpers stimmen am besten für die Formel eines Harnstoffs von der Zusammensetzung:

