

Die Basicität der Glutinsäure wurde analytisch bestätigt und zwar einerseits durch Titration mit  $\frac{1}{10}$ -Normalkalilauge — eine zweibasische Säure von der Zusammensetzung  $C_5H_4O_4$  verlangt zur Bildung des normalen Salzes

	Berechnet	Gefunden
KOH	87.5	87.6 pCt. —

anderseits durch Untersuchung des

Bleisalzes  $C_5H_2O_4Pb$ , welches aus einer Lösung des neutralen Kalisalzes durch Bleiacetat als weißer Niederschlag gefällt wird.

	Berechnet	Gefunden
Pb	62.2	62.3 pCt.

Das Baryumsalz krystallisiert aus concentrirter Lösung in feinen, wasserhaltigen Nadeln, das Kaliumsalz bildet lange flache, ebenfalls wasserhaltige Nadeln, das Silbersalz ist ein auch im Dunkeln sich rasch schwärzender Niederschlag, ein krystallisirendes Kupfersalz erhält man durch Digestion der Säure mit Kupfercarbonat.

### 32. Theodor Heidlberg: Ueber Ortho- und Paramonochlor-dimethylanilin.

(Eingegangen am 18. Januar; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

In Hinblick auf die Darstellung chlorirter Farbstoffe<sup>1)</sup> mit Zuhilfenahme der Monochlordinmethylaniline habe ich letztere dargestellt. Von den möglichen drei Isomeren ist nur das von Staedel<sup>2)</sup> beschriebene Metachlordinmethylanilin bekannt. Krell<sup>3)</sup> erhielt durch Einleiten von Chlor in Dimethylanilin Mono-, Di- und Trichlordinmethylaniline, deren Trennung er jedoch nicht näher angiebt. Das von Krell beschriebene Monochlordinmethylanilin vom Siedepunkt 212° dürfte wohl ein Gemisch der drei möglichen Monochlorerivate sein, da es weder mit dem von Staedel beschriebenen Metachlordinmethylanilin, noch mit der unten beschriebenen Ortho- oder Paraverbindung übereinstimmt.

<sup>1)</sup> Siehe die Mittheilung von K. Heumann und Th. Heidlberg, diese Berichte XIX, 1989.

<sup>2)</sup> Diese Berichte XVI, 32.

<sup>3)</sup> Diese Berichte V, 872.

### Orthochlordinmethylanilin

stellte ich nach dem Staedelschen Verfahren dar. Ich erhielt ein Moleköl des bromwasserstoffsauren Salzes des Orthochloranilins mit etwas mehr als zwei Molekülen Methylalkohol in geschlossenem Rohre zehn Stunden auf 145°. Das Reactionsproduct erstarrte beim Oeffnen der Röhre; es wurde in Wasser gelöst und aus der Lösung die Base mit Natron gefällt. Die mit Aether ausgezogene Base wurde nach dem Abdestilliren des Aethers der Fractionirung unterworfen.

Das Orthochlordinmethylanilin bildet eine klare, farblose Flüssigkeit von stark basischem Geruche. Ihr Siedepunkt liegt bei 206 bis 207°. Die Analyse ergab:

Berechnet	Gefunden
Cl 22.82	22.61 pCt.

Das salzaure Salz bildet hygroskopische weisse Nadelchen. Mit Ferrocyankalium entsteht in seiner Lösung das in Wasser unlösliche ferrocyanwasserstoffsaure Salz, welches eine krystallinische, weisse Masse bildet. Das Platindoppelsalz bildet schöne, gelbe, glänzende Prismen von der Formel  $(C_6H_4\overset{Cl}{N}(CH_3)_2HCl)_2PtCl_4$ . Die Platinbestimmung ergab:

Berechnet	Gefunden
Pt 26.97	26.87 pCt.

Zur Darstellung eines Nitrosokörpers behandelte ich die salzaure Lösung der Base mit Natriumnitrit. Das so erhaltene Nitrosoorthochlordinmethylanilin hat nur sehr schwach basische Eigenschaften; es scheidet sich in Form eines Oeles aus und krystallisierte aus Alkohol in gelben, leicht zersetlichen Nadelchen.

Gleich dem Dimethylanilin giebt das Orthochlordinmethylanilin in Combination mit diazotirter Sulfanilsäure ein chlorirtes Methylorange, welches noch nicht näher untersucht wurde.

### Parachlordinmethylanilin.

Das Parachlordinmethylanilin wurde aus dem Paraamidodimethylanilin erhalten durch Ersatz der Amidogruppe durch Chlor nach dem Sandmeyer'schen Verfahren.

Hierzu wurden 50 g Amidodimethylanilin in 82 g Salzsäure (sp. G. 1.17) gelöst, mit 300 g Wasser versetzt und allmählich unter guter Abkühlung eine Lösung von 26 g Natriumnitrit in 60 g Wasser zugesetzt. Die so erhaltene Lösung wurde zu 150 g einer 10 proc. salzauren Kupferchlorür-Lösung, die zum Kochen erhitzt war, allmählich zugefügt. Die Base blieb als salzaures Salz in Lösung; die mit Natron alkalisch gemachte Flüssigkeit wurde mit Wasserdampf destillirt und die übergehende Base aus Alkohol umkrystallisiert.

Das Parachlordinmethylanilin bildet schöne, grosse, glänzende, flache Nadeln, die in Alkohol, Benzol, Aether löslich, in Wasser unlöslich sind. Ihr Schmelzpunkt liegt bei  $35.5^{\circ}$ ; der Siedepunkt bei  $230-231^{\circ}$ . Die Analysen gaben folgende Resultate:

	Berechnet	Gefunden
C	61.74	61.47 pCt.
H	6.43	6.67 »
Cl	22.82	22.99 »

Das salzsäure Salz bildet einen schwer krystallisirbaren Syrup. Das ferrocyanwasserstoffsaure Salz erscheint in Form mikroskopischer, zusammenhängender Prismen. Das Platindoppelsatz stellt schöne goldgelbe Prismen dar von der Zusammensetzung

	$(C_6H_4 \cdot Cl \cdot N(CH_3)_2 HCl)_2 PtCl_4$ .
Berechnet	Gefunden
Pt	26.97

Das Nitrosoparachlordinmethylanilin, dargestellt wie die oben erwähnte Orthoverbindung, ist nur von sehr schwach basischer Natur. Die Analyse ergab:

	Berechnet	Gef. für $C_6H_3$	NO	Cl
Cl	19.21			18.99 pCt.

Das Nitrosoparachlordinmethylanilin bildet prachtvolle orangegelbe Nadeln vom Schmelzpunkt  $56^{\circ}$ . Es ist in Alkohol, Aether, Benzol und Ligroïn mit gelber Farbe löslich.

### 33. M. Conrad und M. Guthzeit: Beiträge zur Kenntniss des Dimethylpyrondicarbonsäureesters.

[Mittheilung aus dem chem. Institut der kgl. Forstlehranstalt Aschaffenburg.]  
(Eingegangen am 22. Januar; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Bei der Einwirkung von Kohlenoxychlorid auf Kupferacetessigester entsteht der Ester einer zweibasischen Säure, die wir in unserer ersten Mittheilung<sup>1)</sup> als Dehydrocarbonyldiacetessigsäure oder als Carbonyldehydracetessäure bezeichneten. Nach der von uns aufgestellten Formel:

<sup>1)</sup> Diese Berichte XIX, 22.