

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. —

andererseits 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 krystallisirt 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 Heidelberg: Ueber Ortho- und Paramonochlor-dimethylanilin.

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

In Hinblick auf die Darstellung chlorirter Farbstoffe¹⁾ mit Zuhülfenahme der Monochlordimethylaniline habe ich letztere dargestellt. Von den möglichen drei Isomeren ist nur das von Staedel²⁾ beschriebene Metachlordimethylanilin bekannt. Krell³⁾ erhielt durch Einleiten von Chlor in Dimethylanilin Mono-, Di- und Trichlordimethylaniline, deren Trennung er jedoch nicht näher angiebt. Das von Krell beschriebene Monochlordimethylanilin vom Siedepunkt 212^0 dürfte wohl ein Gemisch der drei möglichen Monochloride sein, da es weder mit dem von Staedel beschriebenen Metachlordimethylanilin, noch mit der unten beschriebenen Ortho- oder Paraverbindung übereinstimmt.

¹⁾ Siehe die Mittheilung von K. Heumann und Th. Heidelberg, diese Berichte XIX, 1989.

²⁾ Diese Berichte XVI, 32.

³⁾ Diese Berichte V, 872.

Orthochlordimethylanilin

stellte ich nach dem Stadel'schen Verfahren dar. Ich erhitze ein Molekül des bromwasserstoffsäuren 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 Orthochlordimethylanilin 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 salzsaure Salz bildet hygroskopische weisse Nadelchen. Mit Ferrocyankalium entsteht in seiner Lösung das in Wasser unlösliche ferrocyanwasserstoffsäure Salz, welches eine krystallinische, weisse Masse bildet. Das Platindoppelsalz bildet schöne, gelbe, glänzende Prismen von der Formel $(C_6H_4 \cdot \overset{Cl}{N} (CH_3)_2 HCl)_2 Pt Cl_4$. Die Platinbestimmung ergab:

	Berechnet	Gefunden
Pt	26.97	26.87 pCt.

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

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

Parachlordimethylanilin.

Das Parachlordimethylanilin 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. salzsauren Kupferchlorür-Lösung, die zum Kochen erhitzt war, allmählich zugefügt. Die Base blieb als salzsaures Salz in Lösung; die mit Natron alkalisch gemachte Flüssigkeit wurde mit Wasserdampf destillirt und die übergelassene Base aus Alkohol umkrystallisirt.

Das Parachlordimethylanilin bildet schöne, grosse, glänzende, flache Nadeln, die in Alkohol, Benzol, Aether löslich, in Wasser unlöslich sind. Ihr Schmelzpunkt liegt bei 35.5°; der Siedepunkt bei 230—231°. Die Analysen gaben folgende Resultate:

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

Das salzsaure Salz bildet einen schwer krystallisirbaren Syrup. Das ferrocyanwasserstoffsäure 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 26.60 pCt.

Das Nitrosoparachlordimethylanilin,

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

	Berechnet	Gef. für C_6H_3	$\begin{matrix} NO \\ Cl \\ N(CH_3)_2 \end{matrix}$
Cl	19.21	18.99 pCt.	

Das Nitrosoparachlordimethylanilin bildet prachtvolle orangegelbe Nadeln vom Schmelzpunkt 56°. Es ist in Alkohol, Aether, Benzol und Ligroin 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 Mittheilung¹⁾ als Dehydrocarbonyldiacetessigsäure oder als Carbonyldehydracetsäure bezeichneten. Nach der von uns aufgestellten Formel:

¹⁾ Diese Berichte XIX, 22.