

418. C. Liebermann und H. Sachse: Ueber Dijodzimmtsäure.

(Eingegangen am 1. August; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. Liebermann).

Während Jod in Schwefelkohlenstofflösung sich an Zimmtsäure nicht anlagert, schien es uns wahrscheinlich, dass die dreifache Bindung der doppelten Kohlenstoffbindung gegenüber sich um so viel reactionsfähiger erweisen möchte, dass eine Addition von Jod an Phenylpropioisäure — deren Jodid uns zu anderen Zwecken erwünscht war — sich ermöglichen liesse. Diese Erwartung haben wir bestätigt gefunden ¹⁾.

Dijodzimmtsäure, $C_6H_5 \cdot CJ : CJ \cdot CO_2H$. Die Addition gleicher Moleküle Phenylpropioisäure und Jod in Schwefelkohlenstofflösung verläuft allerdings sehr langsam, zuletzt nahmen wir Sonnenlicht zu Hülfe. Auch nach einem Monat war, selbst bei wenigen Grammen, die Vereinigung keine vollständige und die Lösung noch stark violett gefärbt. Doch hatte sich am Boden der Stöpselflasche ein grosser Theil der Substanz in hübschen, silberglänzenden Blättchen abgeschieden. Dieselben sind in Alkohol leicht löslich, bei Wasserzusatz entsteht zuerst eine Milch, die sich sehr schnell unter Abscheidung schöner silberglänzender Blättchen klärt. Dieselben schmelzen bei 171° .

	Gefunden	Ber. für $C_9H_6O_2 \cdot J_2$
J	63.72	63.50 pCt.

Die Säure löst sich leicht in verdünntem Natriumcarbonat. Auf Zusatz von etwas mehr dieses Reagenzes fällt das Natronsalz in hübschen Nadelchen aus. Das Baryumsalz der Dijodzimmtsäure ist löslich, das Bleisalz bildet einen weissen Niederschlag, Kaliumpermanaganat wird in der Kälte nicht reducirt. Mit Natriumamalgam entsteht sehr schnell und noch lange bevor alle Dijodzimmtsäure zerlegt ist, Hydrozimmtsäure. Die beabsichtigte Gewinnung von Allozimmtsäure als Zwischenstufe wird jedenfalls besondere Vorsichtsmaassregeln erfordern.

¹⁾ Die grössere Reactionsfähigkeit der dreifachen Bindung lasse ich eben an mehreren Beispielen studiren. So hat Hr. stud. Bruck in meinem Laboratorium bereits gefunden, dass Acetylendicarbonsäure beim Erhitzen ihrer alkoholischen Lösung mit Jod im Wasserbade sehr leicht das Jodid $\begin{matrix} CJ \cdot CO_2H \\ \vdots \\ CJ \cdot CO_2H' \end{matrix}$ eine in hübschen Nadelchen krystallisirende Substanz, giebt.

C. Liebermann.

Dijodzimmtsäuremethylester, $C_6H_5 \cdot CJ : CJ \cdot CO_2CH_3$.

Phenylpropiolsäuremethylester¹⁾ verhält sich in Schwefelkohlenstoff bezüglich der Jodaddition ganz wie oben für die Säure angegeben. Seiner leichteren Löslichkeit wegen bleibt er in dem Schwefelkohlenstoff gelöst und wird durch Verdunsten des letzteren gewonnen. Da er sich hierbei in fester Form ausscheidet, lässt er sich von etwa unverändertem Phenylpropiolsäureester durch Absaugen auf Porzellan trennen. In Alkohol leicht löslich, wird er daraus durch Wasser in silberglänzenden Blättchen gefällt, die bei 77° schmelzen.

	Gefunden	Ber. für $C_{10}H_8J_2O_2$
J	61.53	61.35 pCt.

414. J. Homans, R. Steltzner und A. Sukow: Ueber einige Derivate der Truxillsäuren.

(Eingegangen am 1. August.)

Nitrotruxillsäuren. α -Truxillsäure mit möglichst wenig rauchender Salpetersäure von 1.52 spec. Gewicht übergossen, erwärmt sich etwas und geht dabei in Lösung. Durch gelindes Erwärmen lässt sich die Reaction unterstützen. Hierbei bilden sich zwei isomere Mononitrosäuren. Die eine derselben (b) scheidet sich nach dem Erkalten allmählich als weisser, körniger Niederschlag aus. Die gelöste bleibende (a) wird aus der Mutterlauge durch Verdünnen mit Wasser gefällt und durch mehrmaliges Umkrystallisiren aus Alkohol rein erhalten.

a-Nitrotruxillsäure, $[C_9H_7(NO_2)O_2]^2$, kleine, bei 228 — 229° schmelzende Prismen, in Alkohol, Aether und Eisessig leicht, schwer in Benzol löslich.

	Gefunden	Ber. für $C_9H_7NO_4$
C	55.31	55.95 pCt.
H	4.28	3.63 »
N	7.49	7.24 »

Ihre Lösung in Soda wird von Kaliumpermanganat in der Kälte nicht angegriffen, wodurch sie sich u. A. von den Nitrozimmtsäuren

¹⁾ Dieser Ester, aus Methylalkohol, Phenylpropiolsäure und Salzsäuregas dargestellt, ist bisher noch nicht beschrieben. Er bildet ein farbloses Oel.

	Gefunden	Ber. für $C_8H_3C : C \cdot CO_2CH_3$
C	75.05	75.00 pCt.
H	5.20	5.00 »