

Mit Jodkaliumlösung reagirt der Körper schon in der Kälte unter Jodabscheidung. Mit der genaueren Untersuchung dieses Körpers bin ich zur Zeit noch beschäftigt.

Versuche mit *m*-Jodbenzoësäure.

Wie schon erwähnt, lässt sich die *m*-Jodbenzoësäure unter keinen Umständen jodosiren. Weder durch Oxydation noch auf dem Wege über das Jodidchlorid lässt sich ein activer Körper darstellen. Ebenso verhält sich die *m*-Jod-*o*-Nitrobenzoësäure. Die Behandlung mit rauchender Salpetersäure führte ebenso wenig zu einer Jodosoverbindung, wie die Zersetzung des Jodidchlorids mit Alkalien.

Heidelberg, Universitäts-Laboratorium.

333. Wilhelm Wachter: Ueber *o*-Jodbenzoësäure und einige Derivate derselben.

(Eingegangen am 30. Juni.)

Da die *o*-Jodbenzoësäure neuerdings durch ihre Ueberführbarkeit in Jodoso- und Jodbenzoësäure ein erhöhtes Interesse gewonnen hat, so möchte ich hier eine Vorschrift zu ihrer Gewinnung, sowie die Beschreibung einiger ihrer Derivate, welche ich zu ihrer Charakterisirung dargestellt habe, folgen lassen.

Darstellung der *o*-Jodbenzoësäure.

Besser, als die in der Literatur angegebenen Vorschriften zur Darstellung der Säure, ist die folgende, da nach ihr eine fast quantitative Ausbeute erzielt wird:

13.7 g Anthranilsäure werden mit 100 ccm verdünnter Schwefelsäure zerrieben und unter Zugabe von wenig Eis, aber guter Kühlung von aussen, mit einer Lösung von 7.5 g Natriumnitrit in 10 ccm Wasser diazotirt, wobei eine vollkommen klare Lösung entsteht. Giesst man diese unter Umschütteln in eine Mischung von 25 g Jodkalium mit 25 ccm verdünnter Schwefelsäure und wenig Wassser und kocht nun einige Zeit, so tritt unter lebhafter Stickstoffentwicklung die Bildung der Jodbenzoësäure ein. Nach dem Abkühlen scheidet sich diese aus und wird nun noch durch Umkristallisiren aus heissem Wasser gereinigt. Die so gewonnene reine Säure hat den Schmelzpunkt 162° (hisher angegeben: 156—157°).

Derivate der Säure.

Der Methylester ist eine Flüssigkeit, die unter 25 mm Druck bei 167° unzersetzt siedet.

Der Aethylester, ebenfalls flüssig, siedet unter Atmosphärendruck bei 275°.

Das Chlorid der Säure destillirt unter 19 mm Druck bei 135° und erstarrt zu schwach gelbgefärbten Krystallen, die bei ca. $35-40^{\circ}$ schmelzen.

Das *o*-Jodbenzophenon wurde aus dem Chlorid nach der Friedel-Crafts'schen Reaction dargestellt. Im Gegensatz zu den durch seltenes Krystallisationsvermögen ausgezeichneten *o*-Chlor- und *o*-Brombenzophenonen bildet es ein dunkles Oel, welches erst nach monatelangem Stehen im Exsiccator theilweise fest wurde.

Oxim des *o*-Jodbenzophenons. Eine alkoholische Lösung des Ketons wurde mit einem Ueberschuss von salzaurem Hydroxylamin im zugeschmolzenen Rohr auf 130° erhitzt. Nach Eingießen des Bombeninhalts in Wasser schied sich das Oxim ab, welches nach Krystallisation aus verdünntem Alkohol bei 152° schmolz und ebenso wie *o*-Brombenzophenonoxim durch Erwärmung mit Natronlauge leicht in Phenylindoxazen übergeht. — Behandelt man *o*-Jodbenzophenon in alkalischer Lösung mit Hydroxylamin, so erhält man sofort, in der Kälte schon, Phenylindoxazen.

Das Amid der Säure, aus dem Chlorid erhalten, bildet weisse Nadeln vom Schmelzpunkt 183° .

Das Anilid der Säure entsteht aus dem Chlorid mit Anilin. Aus Alkohol in weissen Blättchen krystallisiert, schmilzt es bei 142° .

Das *o*- und *p*-Toluidid schmelzen bei 165° resp. 170° .

o-Jodbenzoylphenylhydrazid, aus dem Chlorid und Phenylhydrazin erhalten, bildet hellgelbe Nadeln, die bei 203° unter Zersetzung schmelzen.

Heidelberg, Universitätslaboratorium.

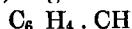
334. Eug. Bamberger und F. Chattaway:

Abbau des Chrysens.

[Mitgetheilt aus dem chem. Laborat. der Kgl. Akad. der Wissensch. zu München von E. Bamberger.]

(Eingegangen am 29. Juni.)

Obwohl das Chrysen bereits synthetisch dargestellt war und obwohl es seit dieser Synthese¹⁾ allgemein als Phenylennaphthylenäthylen,



angesprochen wird, hatte ich mir — schon vor längerer Zeit²⁾ —

¹⁾ Gräbe und Bungener, diese Berichte 12, 1078.

²⁾ Bamberger und Kranzfeld, diese Berichte 18, 1931. Inzwischen ist das Chrysen abermals auf pyrogenem Wege synthetisiert worden, vergl. Krämer, diese Berichte 23, 84.