

Das platinchlorwasserstoffsäure Salz der Methylpyrrolidin-dicarbonsäure ist in heissem Wasser leicht, schwerer in kaltem löslich, unlöslich in Alkohol. Charakteristisch ist seine Krystallisation in dreiseitigen, an den Ecken abgestumpften Täfelchen, welche sich über 200° allmählich zersetzen, ohne zu schmelzen. Leider reichte uns die Substanz nur für eine nicht ganz genaue Platinbestimmung aus.

0.0782 g Sbst.: 0.0185 g Pt.

$\text{PtCl}_6\text{H}_2(\text{C}_7\text{H}_{11}\text{NO}_4)_2$. Ber. Pt 25.69. Gef. Pt 25.27.

Das Silbersalz fällt auf Zusatz von Alkohol zur wässrigen Lösung, die durch Digeriren der Säure mit feuchtem Silberoxyd sich bildet, in weissen Flocken aus. Für die Analyse wurde es durch Versetzen einer mit Natronlauge neutralisierten, sehr concentrirten Lösung der Säure mit Silbernitrat abgeschieden. Es löst sich in Wasser leicht und mit saurer Reaction; zu Folge der Silberbestimmung liegt ein primäres Salz vor.

0.1253 g Sbst.: 0.0639 g AgCl.

$\text{C}_7\text{H}_{10}\text{NO}_4\text{Ag}$. Ber. Ag 38.57. Gef. Ag 38.38.

194. Johannes Thiele: Condensation des Nitromethans mit aromatischen Aldehyden.

[Vorläufige Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium der Akademie der Wissenschaften in München.]

(Eingegangen am 3. Mai.)

Die Condensation des Nitromethans mit Fettaldehyden durch Kaliumcarbonat¹⁾ ist auf aromatische Aldehyde nicht übertragbar²⁾. Mit Chlorzink ist zwar Condensation möglich, doch nicht in allen Fällen³⁾. Sehr leicht wirkt dagegen Nitromethan auf aromatische Aldehyde oder Zimmtaldehyd bei Gegenwart von alkoholischem Kali. Dabei scheinen allgemein zuerst Kaliumsalze von Additionsproducten zu entstehen, die beim Ansäuern leicht in Styrolderivate übergehen

ω -Nitrostyrol.

1 Mol.-Gew. Benzaldehyd wird mit wenig Alkohol und 1 Mol.-Gew. Nitromethan vermischt. Dazu giebt man, anfangs tropfenweise unter guter Kühlung, 1 Mol.-Gew. concentrirtes, methylalkoholisches Kali. Nach dem Vermischen fällen Mineralsäuren aus der mit Wasser klar verdünnten Flüssigkeit in ausgezeichneter Ausbeute rasch er-

¹⁾ Henry, Compt. rend. 120, 1266: 121, 212. Recueil 16, 250; 17, 1.

²⁾ Posner, diese Berichte 31, 656.

³⁾ Posner, diese Berichte 31, 656. Priebs, Ann. d. Chem. 225, 321.

starrendes ω -Nitrostyrol. Aus Alkohol gelbliche Prismen vom Schmp. 58°.

0.1523 g Sbst.: 12.8 ccm N (14°, 712 mm).

$C_8H_7NO_2$. Ber. N 9.39. Gef. N 9.25.

m - ω -Dinitrostyrol.

Wird unter Anwendung von m -Nitrobenzaldehyd ebenso dargestellt, wie das ω -Nitrostyrol. Das ausgeätherte Dinitrostyrol bildet aus Alkokol gelbliche Nadelchen vom Schmp. 125°¹⁾.

0.1024 g Sbst.: 13.4 ccm N (13°, 707 mm).

$C_8H_6N_2O_4$. Ber. N 14.44. Gef. N 14.37.

o -Nitrophenyl-nitroäthanol.

Kaliumsalz, $NO_2 \cdot C_6H_4 \cdot CH(OH) \cdot CH(NO_2)K$. Dasselbe fällt als gelbes Pulver aus, wenn man o -Nitrobenzaldehyd bei Gegenwart von wenig Alkohol in gleicher Weise condensirt. Zur Analyse wird das mit Alkohol gewaschene und darin unlösliche Salz in wenig Wasser gelöst und mit Alkohol und Aether wieder ausgefällt. Orange Blättchen, welche im Exsiccator unter Wasserverlust gelb werden.

0.1059 g Sbst. (vacuumtrocken): 10.6 ccm N (12°, 725 mm).

0.2879 g Sbst.: 0.0987 g K_2SO_4 .

$C_8H_7N_2O_5K$. Ber. N 11.20, K 15.60.

Gef. » 11.33, » 15.37.

Aus der Lösung des Kaliumsalzes fällt beim Ansäuern der Alkohol als gelbliches Oel, das durch Eisenvitriol und Natronlauge schnell in einen blauen Farbstoff verwandelt wird (Indigo?).

Acetat. Der Alkohol wird mit Essigsäureanhydrid vermischt und eine Spur Schwefelsäure zugegeben. Unter starker Erhitzung scheidet sich das Acetat krystallinisch ab. Man verdünnt mit Wasser und krystallisiert aus Alkohol um.

Fast weisse Nadeln vom Schmp. 109°.

0.1880 g Sbst.: 19.1 ccm N (13°, 707 mm).

0.1564 g Sbst.: 0.2707 g CO_2 , 0.0588 g H_2O .

0.4256 g Sbst.: 0.201° Siedepunkts erhöhung in 29.81 g $CHCl_3$.

0.6568 g Sbst.: 0.323° Siedepunkts erhöhung in 29.81 g $CHCl_3$.

$C_{10}H_{10}N_2O_6$. Ber. C 47.24, H 3.98, N 11.02.

Gef. » 47.21, » 4.18, » 11.16.

Mol.-Gew. Ber. 254. Gef. 260, 250.

Durch Alkalien wird das Acetat leicht verseift, dabei entsteht ein fester Körper (vielleicht der Alkohol).

ω - p -Dinitrostyrol.

p -Nitrobenzaldehyd, mit dem vierfachen Gewicht Alkohol und der berechneten Menge Nitromethan übergossen, löst sich auf Zusatz

¹⁾ Schmp. 122° nach Friedländer und Lazarus, Ann. d. Chem. 229, 233.

von 1 Mol.-Gew. Kali leicht zu einer rothen Flüssigkeit auf, aus der nach dem Verdünnen mit Wasser Mineralsäuren einen gelben, flockigen Niederschlag von Dinitrostyrol fällen. Sehr schwer löslich in Alkohol, bildet es daraus gelbe Nadelchen vom Schmp. 196—199° (Zers. über 190°).

0.1070 g Sbst.: 13.6 ccm N (5.5°, 711 mm).

0.1209 g Sbst.: 15.6 ccm N (12°, 725 mm).

$C_8H_6N_2O_4$. Ber. N 14.44. Gef. N 14.51, 14.60.

Fällt man mit Essigsäure, so scheint sich wenigstens theilweise ω -*p*-Dinitro-phenyläthanol zu bilden.

p-Phenylen-bis-nitroäthylen, $NO_2 \cdot CH:CH \cdot C_6H_4 \cdot CH:CH \cdot NO_2$.

3 g Terephthalaldehyd und 3 g Nitromethan in 50 ccm absolutem Alkohol werden mit methylalkoholischem Kali (2 Mol.) versetzt. Es fällt sofort ein weisses Kaliumsalz aus, welches, abgesaugt und in Wasser gelöst, mit Mineralsäuren den Dinitrokörper in gelben Flocken fallen lässt. Schwer löslich in heissem Alkohol, orangefarbene, glänzende Krystalle, die über 200° sich zersetzen und etwa bei 230° unter Gasentwicklung und Rothfärbung völlig schmelzen.

0.1352 g Sbst.: 0.2705 g CO_2 , 0.0471 g H_2O .

0.1154 g Sbst.: 13.2 ccm N (14°, 706 mm).

$C_{10}H_8N_2O_4$. Ber. C 54.54, H 3.63, N 12.72.

Gef. » 54.56, » 3.87, » 12.49.

p-Phenylen-bis-nitroäthanol,
 $NO_2 \cdot CH_2 \cdot CH(OH) \cdot C_6H_4 \cdot CH(OH) \cdot CH_2 \cdot NO_2$.

Versetzt man die nicht zu verdünnte Lösung obigen Kaliumsalzes mit Essigsäure, so fällt ein bräunlicher, krystallinischer Niederschlag aus, der an wenig kalten Alkohol gelbliche Verunreinigungen abgibt. Der fast weisse Rückstand wird mit Thierkohle aus absolutem Alkohol (schwer löslich) als schwach-gelbliches Krystallpulver erhalten, das je nach der Art des Erhitzens bei 163—168° schmilzt (Zers.).

0.1450 g Sbst.: 0.2507 g CO_2 , 0.0630 g H_2O .

0.1006 g Sbst.: 9.8 ccm N (11°, 727 mm).

$C_{10}H_{12}N_2O_6$. Ber. C 46.88, H 4.69, N 10.94.

Gef. » 47.15, » 4.83, » 11.10.

Bei vorstehenden Versuchen wurde ich von Hrn. Dr. Meisenheimer auf das Allertrefflichste unterstützt.