

weissen Krystallkrusten. Es wurde durch Lösungsfarbe, Schmp. (68°) und Geruch identificirt.

Die Ausbeute an demselben betrug 1.8 g, das sind, unter der Annahme, dass das verbrauchte Nitrobenzol vollständig in Dinatriumphenylhydroxylamin übergeführt worden war, ca. 70 pCt. der theoretisch möglichen Menge.

In der vom Nitrosobenzol befreiten Oxydationsflüssigkeit sind noch geringe Mengen harziger Producte enthalten, die nicht weiter untersucht wurden.

Auch durch andere Oxydationsmittel (Eisenchlorid, Quecksilberchlorid, Chlorkalk, salpetrige Säure) lässt sich, wie man sich durch Reagirglasversuche leicht überzeugen kann, aus dem Dinatriumphenylhydroxylamin nach dem Ansäuern Nitrosobenzol gewinnen.

Dass auch die Einwirkung von Jod auf das Reaktionsgemisch Nitrosobenzol neben unterjodigsaurem Natrium und Jodnatrium liefert, ist bereits erwähnt.

Ich studirte auch die *Einwirkung von Natrium auf Phenylhydroxylamin* in der Absicht, zu dem im Vorstehenden beschriebenen Natriumderivat zu gelangen und die für dasselbe angenommene Constitution weiter zu stützen. Dabei erhielt ich zwar ein Mononatriumsalz¹⁾ des Phenylhydroxylamins, das mit der aus Nitrobenzol dargestellten Natriumverbindung manche Aehnlichkeit zeigte; doch sind alle Versuche, durch Einwirkung von Natrium auf dieses Monosalz oder auf Phenylhydroxylamin bei höherer Temperatur ein Dinatriumderivat des Phenylhydroxylamins darzustellen, erfolglos geblieben.

Jena, Universitätslaboratorium, und Stuttgart, Technische Hochschule.

443. Julius Schmidt: Notiz über die Einwirkung von Natrium auf Paranitrotoluol.

(Eingegangen am 23. October.)

Im Anschluss an die vorstehende Mittheilung will ich in aller Kürze über die Einwirkung von Natrium auf *p*-Nitrotoluol berichten.

Auch dem *p*-Nitrotoluol wird durch Behandeln seiner ätherischen Lösung mit Natrium bei Zimmertemperatur Sauerstoff entzogen.

Doch unterscheidet sich die Reduction wesentlich von derjenigen des Nitrobenzols. Sie verläuft viel rascher und energischer als diese, sodass der Aether dabei in's Sieden geräth, und führt nicht zum entsprechenden Hydroxylaminderivat.

¹⁾ Von der näheren Untersuchung dieser Verbindung habe ich abgesehen, um nicht in fremdes Arbeitsgebiet einzugreifen.

Bei der Einwirkung von 1 Aequivalent Natrium auf die ätherische Lösung von 1 Aequivalent *p*-Nitrotoluol (bei Zimmertemperatur) konnte als ätherlösliches Product *p*-Azoxytoluol isolirt werden.

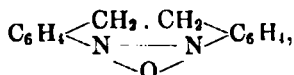
13.7 g *p*-Nitrotoluol lieferten 1.8 g *p*-Azoxytoluol, das aus Alkohol in gelben Nadeln vom Schmp. 70° krystallisirt.

0.2282 g Sbst.: 24.7 N (18.5°, 751 mm).

$C_{14}H_{14}N_2O$. Ber. N 12.39. Gef. N 12.33.

Als Hauptproduct bildet sich wieder eine schwarzbraune, ätherunlösliche, an der Luft selbstentzündliche Natriumverbindung.

Sie liefert bei der Zersetzung mit Salzsäure eine rothe, amorphe Substanz, welche bereits von H. Klinger¹⁾ durch 3–4-tägiges Erhitzen von *p*-Nitrotoluol mit Natriummethylat dargestellt und von F. Bender und G. Schultz²⁾ näher untersucht worden ist. Diese Verbindung (13.7 g *p*-Nitrotoluol lieferten ca. 10 g derselben) ist wahrscheinlich als Azoxydihydrostilben,



aufzufassen. Ich werde darauf in einer besonderen Mittheilung zurückkommen.

Bei der Einwirkung von 2 Aequivalenten Natrium auf die ätherische Lösung von 1 Aequivalent *p*-Nitrotoluol entsteht ausser der erwähnten schwarzbraunen Natriumverbindung *p*-Azoxytoluol in sehr geringer Menge und *p*-Azotoluol.

Durch Einwirkung von 4.6 g Natrium auf 13.7 g *p*-Nitrotoluol wurden 2.3 g *p*-Azotoluol erhalten. Es krystallisirt aus Alkohol in orangerothern Nadeln vom Schmp. 143°.

0.1591 g Sbst.: 19 ccm N (21.8°, 850 mm).

$C_{14}H_{14}N_2$. Ber. N 13.33. Gef. N 13.36.

Es gelingt in diesem Falle nicht, auch nicht bei tagelangem Erwärmen am Rückflusskühler, alles Natrium in Reaction zu bringen.

Ich bin damit beschäftigt, die Einwirkung von Natrium auf *p*-Nitrotoluol eingehend zu studiren. Auch das Verhalten anderer Nitroverbindungen, sowie der Nitrosoverbindungen und Stickoxyde, gegen Natrium soll untersucht werden.

Stuttgart, Technische Hochschule.

¹⁾ Diese Berichte 16, 941.

²⁾ Diese Berichte 19, 3234.