

Wesentlich an diesem Versuch ist der Nachweis, dass die Reimer'sche Reaction beim *p*-Xylenol nicht zur Bildung einer chlorhaltigen Substanz führt.

Wie Pseudocumenol liefert auch das isomere Mesityl ein chlorirtes Keton, doch bilden sich auch in diesem Falle andere Producte, die die Isolirung des Ketons sehr erschweren. Wegen der Kostbarkeit des Ausgangsmaterials wurde daher auf die Reindarstellung des Ketons verzichtet; dass wirklich ein Chlorderivat entstanden war, bewies eine Analyse des von Chloroform befreiten, allerdings noch sehr unreinen Rohproducts, die einen Gehalt von 22.9 pCt. Chlor, statt ber. 32.4 pCt., ergab.

Greifswald, Chemisches Institut.

### 69. Robert Kahn: Ueber Derivate der 3-Nitrophtalsäure.

(Vorläufige Mittheilung.)

[Aus dem chemischen Institut der Akademie Münster.]

(Eingegangen am 4. Januar 1902.)

Im Hinblick auf die vor Kurzem erschienenen Abhandlungen von Bogert und Boroschek<sup>1)</sup>, sowie von Seidel<sup>2)</sup> sehe ich mich genöthigt, die bisherigen Resultate einer noch nicht vollendeten Arbeit, die das gleiche Stoffgebiet zum Gegenstand hat, im Auszug zu veröffentlichen. Eine ausführliche Mittheilung wird nach Beendigung der Untersuchung erscheinen.

Beim Abbau des Phtalimids durch unterbromigsaure Alkalien kann immer nur ein und dieselbe Anthranilsäure entstehen, gleichgiltig, welche der beiden Carbonylgruppen eliminirt wird. Alle monosubstituirten Phtalimide dagegen können unter der Einwirkung desselben Agens zwei verschiedene stellungsisomere Anthranilsäurederivate liefern, je nachdem die eine zu dem Substituenten in Metastellung befindliche Carbonylgruppe austritt oder die andere, die zu ihm in Ortho- oder Para-Stellung steht. Da die Theorie über den wahrscheinlichen Verlauf der Reaction nichts voraussehen lässt, stellte ich mir die Aufgabe, die in Frage kommenden Vorgänge zu untersuchen.

<sup>1)</sup> Journal Americ. Chem. Soc. 23, 740 [1901].

<sup>2)</sup> Diese Berichte 34, 4351 [1901].

Als erstes Ausgangsmaterial wählte ich die verhältnissmässig leicht zugänglichen Nitrophthalsäuren und stellte zunächst das 3-Nitrophthalsäureanhydrid und das 3-Nitrophthalimid dar. Im Gegensatz zu Bogert und Boroschek fand ich, dass bei sechs- bis acht-stündigem Erhitzen der 3-Nitrophthalsäure auf 235—240° das gebildete Anhydrid bereits stark zersetzt wird. Um ein reines Product in quantitativer Ausbeute zu gewinnen, muss man die Anhydrisirung bei einer Temperatur vornehmen, die unterhalb des Schmelzpunktes der Säure (218°) liegt.

Das Imid stellte ich durch Einwirkung von Ammoniak auf das geschmolzene Anhydrid dar. Es bildet, aus Alkohol krystallisirt, blassgelbe Blättchen, die bei 216° schmelzen. Durch Einwirkung von unterbromigsaurem Kalium auf dasselbe entstehen die beiden möglichen Nitroanthranilsäuren,  $C_6H_3(COOH)(NH_2)(NO_2)$  (1.2.3.) und (1.2.6.), und nicht, wie Seidel angiebt, nur die letztere, die sich allerdings in überwiegender Menge bildet. Sie krystallisirt aus Wasser in derben, grossen Nadeln, die gegen 180° unter Zersetzung schmelzen und einen intensiv süssen Geschmack besitzen. Seidel beschreibt diese Säure als ockergelbe, sandigkrystallinische Substanz von schwach süssem Geschmack. Dies sind die Eigenschaften des Gemenges, das sich aber schon unter dem Mikroskop als nicht homogen erweist. Die isomere Substanz bildet lange, gelbe Spiesse, schmeckt indifferent und schmilzt bei 203°. Sie wurde schon früher auf anderem Wege dargestellt<sup>1)</sup>.

3-Nitrophthalimid: Ber. C 50.00, H 2.08, N 14.58.

Gef. » 49.62, » 2.07, » 14.76.

3-Nitrophthalimidkalium: Ber. K 16.95. Gef. K 16.78.

Nitroanthranilsäure:  $(COOH.NH_2.NO_2.1.2.6)$ .

Ber. C 46.15, H 3.29, N 15.38.

Gef. » 45.96, » 3.22, » 15.38.

Nitroanthranilsäure:  $(COOH.NH_2.NO_2.1.2.3)$ .

Ber. N 15.38. Gef. N 15.61.

Ich gedenke, die Untersuchung auf andere substituirte Phtalsäuren auszudehnen.

<sup>1)</sup> Hübner, Ann. d. Chem. 195, 37.