

nach zu urteilen, die dem 1.4-Cyclohexandion entsprechende Ketoaminosäure sein könnte.

0.1370 g Sbst.: 11.7 ccm N (18°, 751 mm).

$C_6H_8O(NH_2)(CO_2H)$. Ber. N 8.91. Gef. N 9.74.

Der Versuch aber, diese vermutliche Ketomonoaminosäure in größerer Menge darzustellen, ging fehl, da als Hauptprodukt der Einwirkung von Cyankalium und Ammoniumchlorid auf 1.4-Cyclohexandion, unabhängig von den angewendeten relativen Mengen der Ingredienzien, stets die oben beschriebene 1.4-Diaminohexahydroterephthalsäure auftrat.

392. N. Zelinsky und N. Schlesinger: Über 1.4-Dioxy-hexahydro-terephthalsäure.

[Aus dem Organischen Laboratorium der Universität Moskau.]

(Eingegangen am 10. Juni 1907.)

Gelegentlich der Darstellung einer Diaminosäure aus 1.4-Cyclohexandion (s. voranstehende Abhandlung) schien es uns geboten, auch die entsprechende, in freiem Zustande bisher unbekannte Dioxysäure zu gewinnen.

Zur Herstellung des Dioxynitrils wurden zu einer wäßrigen Lösung von 13.0 g Cyankalium ($\frac{2}{10}$ Mol.) und 10.8 g Cyclohexandion ($\frac{1}{10}$ Mol.) langsam, aber ohne Kühlung 20 ccm rauchender Salzsäure (ca. $\frac{2}{10}$ Mol.) gegeben und die nach zwei Tagen von einer geringen Menge harziger Substanz abfiltrierte Lösung gründlich mit Äther ausgeschüttelt. Der nach Verdampfen des Äthers hinterbliebene Rückstand wurde auf einen Tonteller gebracht, dann zur Analyse aus heißem Wasser rasch umkrystallisiert und mit Alkohol und Äther nachgewaschen.

0.1225 g Sbst.: 18.3 ccm N (21°, 757 mm).

$C_6H_8(OH)_2(CN)_2$. Ber. N 17.31. Gef. N 16.93.

Das so erhaltene Cyanhydrin ist in reinem Zustande in kaltem Wasser schwer löslich, ebenso in Alkohol und Äther, während das von Baeyer und Noyes¹⁾ in einer etwas anderen Weise dargestellte Cyanhydrin in kaltem Wasser schwer löslich war, sehr leicht aber von Alkohol und leicht von Äther aufgenommen wurde. Auch schmolz dieses Cyanhydrin unter Zersetzung bei 180°, während das unsrige bei 152—154°, ebenso unter Zersetzung, schmilzt.

Das rohe Cyanhydrin wurde mit Äther gewaschen und dann verseift. Zu diesem Zwecke wurde es unter sorgfältiger Kühlung und in kleinen Portionen in konzentrierte Schwefelsäure eingetragen,

¹⁾ Diese Berichte **22**, 2176 [1889].

nach 24 Stunden mit 2 Volumen Wasser verdünnt und 1 Stunde lang am Rückflußkühler zum Sieden erhitzt, wobei alles rasch in Lösung ging. Am nächsten Tage hatten sich farblose Nadeln abgeschieden, die nach zweimaligem Umkrystallisieren aus heißem Wasser über Schwefelsäure getrocknet wurden.

0.1302 g Sbst.: 0.2663 g CO_2 , 0.0699 g H_2O .

$\text{C}_6\text{H}_8(\text{OH})_2(\text{CO}_2\text{H})_2$. Ber. C 47.01, H 5.93.

Gef. » 47.40, » 5.97.

Die Dioxy-hexahydro-terephthalsäure schmilzt unter teilweiser Zersetzung und Sublimation bei 122° , ist schwer löslich in kaltem, leicht in heißem Wasser, schwer löslich in kaltem Alkohol, leichter in warmem.

Zur weiteren Charakterisierung wurde das Bariumsalz mittels Bariumcarbonat dargestellt; es krystallisiert sehr schön aus heißem Wasser in büschelförmig vereinigten Prismen, denen abgeplattete Krystalle beigemengt sind, und enthält drei Moleküle Krystallwasser, das nur schwer zu vertreiben ist. Analyse des mit Alkohol und Äther gewaschenen, frisch dargestellten Bariumsalzes:

0.2668 g Sbst. verloren bei schließlich bis auf 180° gesteigerter Temperatur 0.0369 g und lieferten 0.1577 g Bariumsulfat.

$\text{C}_6\text{H}_8(\text{OH})_2(\text{CO}_2)_2\text{Ba} + 3\text{H}_2\text{O}$. Ber. H_2O 13.73, Ba 34.91.

Gef. » 13.83, » 34.80.

Es wäre interessant, die gegenseitigen Beziehungen der von uns dargestellten Diamino- und Dioxysäure aus 1,4-Cyclohexandion kennen zu lernen und ihre Zugehörigkeit zur *cis*- oder *trans*-Reihe zu ermitteln, was wir denn auch in nächster Zeit tun wollen.

393. W. Manchot und W. Kampschulte: Über die Einwirkung von Ozon auf metallisches Silber und Quecksilber.

[Mitteilung aus dem Chemischen Institut der Universität Würzburg.]

(Eingegangen am 6. Juni 1907.)

Als eine charakteristische Reaktion des Ozons, insbesondere zur Unterscheidung von Wasserstoffsuperoxyd, wird in allen Beschreibungen seine Fähigkeit, blankes Silber zu schwärzen, angeführt, doch ist nirgends etwas Näheres darüber gesagt, wie der Versuch ausgeführt werden soll¹⁾, so daß man vermuten möchte, er müsse ohne weiteres gelingen.

¹⁾ Ausgenommen die Verwendung von flüssigem Ozon von H. Erdmann, diese Berichte **37**, 4741 [1904].