

0.100 g des wasserfreien Salzes gaben nach dem Glühen bis zur Gewichtskonstanz 0.0293 g CuO.

$(C_6H_{11}.NH_2.CH_2.COO)_2Cu$. Ber. Cu 16.75. Gef. Cu 16.72.

Hexahydrophenylglykokoll liefert eine

Nitrosoverbindung, $C_6H_{11}.N(NO).CH_2.COOH$.

1 g Säure wurde in wenig 10-proz. Schwefelsäure gelöst und bei 0° tropfenweise mit Natriumnitritlösung (1 : 3) solange versetzt, als noch ein Niederschlag ausfällt. Die farblosen Krystalle wurden abgesaugt (das rohe Produkt wog 0.5 g) und aus warmem Wasser umkrystallisiert. Die farblosen, kleinen Nadeln der Nitrosoverbindung wurden im Vakuum über Schwefelsäure getrocknet und schmolzen im geschlossenen Capillarrohr bei 117.5—118° unter Zersetzung. Sie zeigten die Liebermannsche Reaktion auf Nitrosoverbindungen.

0.1598 g Subst.: 21 ccm N (20°, 754 mm).

$C_8H_{14}O_3N_2$. Ber. N 15.07. Gef. N 14.91.

Der Versuch, vom Hexahydrophenylglykokoll durch Zusammenschmelzen mit Kalihydrat und nachfolgende Oxydation mittels eines Luftstromes zu einem Indigoderivate der Hexamethylenreihe überzugehen, ist uns nicht gelungen.

425. N. Zelinsky und D. Schwedoff: Ueber Hexahydrobenzoylessigester.

[Laborat. für Organische und Analytische Chemie der Universität Moskau.]

(Eingegangen am 25. Juni 1907.)

In Anbetracht der Reaktionsfähigkeit des Acetessigesters und Benzoylessigesters erschien uns ein Versuch, den Hexahydrobenzoylessigester zu synthetisieren, um ihn zu weiteren synthetischen Arbeiten in der Hexamethylenreihe zu benutzen, nicht ohne Interesse zu sein.

Zu 2.3 g fein zerstäubtem Natrium, das sich unter absolutem Äther befand, wurde allmählich ein Gemisch von 15.6 g hexahydrobenzoesaurem¹⁾ Äthyl und 8.8 g essigsäurem Äthyl hinzugegeben. Der Essigester wurde vor dem Versuch über Chlorcalcium getrocknet und dann zweimal über Natrium destilliert. Nach dem Zugießen der ersten Mengen des äquimolekularen Estergemisches zum Natrium konnte freiwillige Erwärmung beobachtet werden, gegen Ende des Versuchs geriet die Flüssigkeit sogar ins Sieden. Das weitere Erhitzen des Ge-

¹⁾ N. Zelinsky, Journ. Russ. Phys.-chem. Ges. **34**, 434, 968 [1902].

menges wurde auf dem Wasserbade 6 Stunden lang fortgesetzt. Nach dem Erkalten wurde die Masse gallertartig; sie wurde mit Eiswasser und Essigsäure bis zur schwach sauren Reaktion bearbeitet. Die aufgestiegene Schicht wurde in Äther aufgenommen, der Auszug mit Wasser und Sodalösung gewaschen. Nach Entfernung des Äthers wurde das ölige Reaktionsprodukt unter vermindertem Druck fraktioniert. Unter 18 mm ging die Hauptmasse bis 96° über, dann stieg die Temperatur schnell, und zwischen 134 — 138° destillierte das gesuchte Reaktionsprodukt. Durch nachfolgende Destillation gelang es, diese Substanz in reinem Zustande zu isolieren. Der Siedepunkt liegt bei 135 — 137° (18 mm).

0.161 g Sbst.: 0.3928 g CO_2 , 0.1322 g H_2O .

$\text{C}_{11}\text{H}_{18}\text{O}_3$. Ber. C 66.66, H 9.09.

Gef. » 66.42, » 9.13.

Eine geringe Menge dieser Verbindung, in Alkohol gelöst, gibt mit Eisenchlorid eine intensive violett-rote Färbung. Leider lassen die Ausbeuten zu wünschen übrig, allein die Zusammensetzung des Körpers und seine Reaktionen deuten darauf, daß wir es dariu tatsächlich mit dem Hexahydrobenzoyl-essigester, $\text{C}_6\text{H}_{11}\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{COO}\cdot\text{C}_2\text{H}_5$ zu tun haben. Sein spezifisches Gewicht ist:

$$d_{18} = 0.9678.$$

Die günstigsten Bedingungen zur Gewinnung dieser wichtigen Substanz müssen erst ermittelt werden. Vorläufig bemerken wir nur, daß ein Ersatz von Natrium in dieser Reaktion durch Natriumäthylat (Reaktionsbedingungen von Claisen und Lowman¹⁾ für Benzoyl-essigester) uns keine besseren Ausbeuten geliefert hat.

426. A. E. Tschitschibabin: Über das Triphenylmethyl.

(Eingegangen am 10. Juni 1907.)

In der in den »Berichten« vor kurzem erschienenen XVI. Abhandlung²⁾ von Gomberg: »Über das Triphenylmethyl« unterwirft der Verfasser von neuem die Frage nach der Konstitution des Triphenylmethyls im Lichte der neuen Tatsachen einer Diskussion. In dieser Mitteilung sagt sich der Verfasser zum erstenmal von seiner unbedingten Ablehnung der von mir für das Triphenylmethyl verteidigten Hexaphenyläthanformel los und kommt zu Schlüssen, die sich von

¹⁾ Diese Berichte **20**, 653 [1887]. ²⁾ Diese Berichte **40**, 1847 [1907].