

amino-benzoesäure in wechselnder Ausbeute ein soda-unlösliches, kristallinisches Produkt, welches leicht löslich in heißem Aceton, Alkohol und Eisessig ist, schwer in Benzol und Äther, ziemlich schwer in heißem Essigester. Es wird schon beim Umlösen aus viel kaltem Aceton und Zugabe von Ligroin größtenteils in Benzoylamino-benzoesäure übergeführt, die sich auch beim Erhitzen mit verdünnter Natronlauge allmählich bildet. Das Produkt ist anscheinend nicht ganz reines [*m*-Benzoylamino-benzoesäure]-benzoesäureanhydrid.

0.2679 g Subst. (bei 105° getrocknet): 10.7 ccm N (16°, 767 mm).

$C_{21}H_{15}O_4N$. Ber. N 4.06. Gef. N 4.69.

506. R. J. Manning und M. Nierenstein: Notiz zur Methoxyl-Bestimmung.

(Eingegangen am 11. Dezember 1913.)

Gelegentlich einer Untersuchung von Methoxyl-Derivaten, die uns zu niedrige Werte gaben, versuchten wir es durch Zusatz von Essigsäureanhydrid¹⁾ und längeres Erhitzen²⁾ das Manko zu korrigieren. Wir erhielten so zwar bei dreitägigem Erhitzen von je 1½ Stunden die fehlende Methoxylmenge, doch stellten wir zur selben Zeit in andren Versuchen fest, daß Essigsäureanhydrid und Jodwasserstoffsäure (Zeisel) unter denselben Bedingungen wägbare Jodsilbermengen liefern, so daß wir hiervon schon jetzt Mitteilung machen, um so den Fachgenossen dergleichen zeitraubende Erfahrungen zu ersparen.

Für unsere Blindversuche wurde der Apparat mit den vorgeschriebenen Mengen Jodwasserstoffsäure und Essigsäureanhydrid beschickt, je 1½ Stunden erhitzt und des weiteren wie bei der Methoxyl-Bestimmung verfahren. Wir erhielten so in zwei Versuchen:

	I.	II.
am ersten Tag	0.0 g AgJ	—
» zweiten »	0.0312 » »	0.0157 g AgJ
» dritten »	0.0294 » »	0.0097 » »
» vierten »	—	0.0097 » »
» fünften »	0.0188 » »	0.0014 » »

Da es sich hier wahrscheinlich um die Bildung von Methyljodid handelt, so haben wir auch Dimethylanilin-Lösung nach den Angaben

¹⁾ Vergl. Herzig, M. 9, 544 [1898]. — Perkin, Soc. 83, 1370 [1903].

²⁾ Vergl. Herzig und Pollak, M. 29, 263 [1908].

von Feist¹⁾ vorgelegt. Wir erhielten zwar einige kleine Krystalle, doch reichten diese für die Schmelzpunktbestimmung nicht aus.

Zum Schluß erwähnen wir noch, daß auch der Zusatz von Phenol²⁾ bei längerem Erhitzen nicht zuläßlich ist, da auch hier wägbar Silberjodidmengen entstehen.

Bristol, Biochem. Universitätslaboratorium.

507. J. Houben: *p*-Nitroso-*N*-phenylglycin und *p*-Nitroso-*N*-phenylglycin-*o*-carbonsäure.

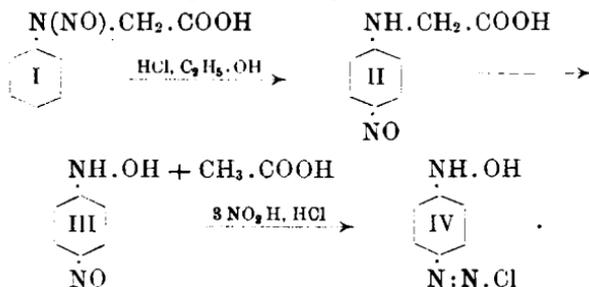
[Aus dem Chemischen Institut der Universität Berlin.]

(Eingegangen am 28. November 1913.)

Die unter dem Namen der Fischer-Heppschen Umlagerung bekannte Umwandlung aromatischer Nitrosamine in *p*-Nitrosobasen ist im Laufe der letzten Jahrzehnte an einer ganzen Anzahl von Verbindungen untersucht worden.

In einem der interessantesten Fälle glückte sie nicht, nämlich beim Nitrosamin des Phenyl-glycins, das wegen seiner nahen Beziehungen zum Indigo von der Technik in großem Maßstabe bereitet wird und daher die Bedeutung eines bequem zugänglichen, billigen und in Massen vorhandenen Ausgangsmaterials besitzt.

Schon vor ca. 25 Jahren haben O. Fischer und Hepp³⁾ das schon früher von Schwebel⁴⁾ dargestellte Nitrosamin in *p*-Nitroso-phenylglycin umzulagern versucht. Indessen erhielten sie — und auch nur in 20-prozentiger Ausbeute — nur eine explosive Diazo-Verbindung, in der das *p*-Hydroxylamino-phenyldiazoniumchlorid erkannt wurde (Formel IV), entsprechend folgendem Reaktionsverlauf:



¹⁾ B. 33, 2094 [1900]. Vergl. auch Schüler, Ar. 245, 264 [1907].

²⁾ F. Weishut, M. 33, 1165 [1913].

³⁾ O. Fischer und E. Hepp, B. 20, 2476 [1887].

⁴⁾ Schwebel, B. 11, 1132 [1878].