

anteilsweiser Zugabe von weiteren 150 ccm rauchender Salzsäure gekocht, bis kaum noch Zink vorhanden ist. Die davon dekantierte Flüssigkeit trübt sich beim Erkalten und hat nach 12 Std. 0.4 g roher Desoxy-ciloxansäure in weißlichen Flocken abgesetzt. Man kann sie zur Reinigung aus ihrer Lösung in Äther wiederholt durch Petroläther umfällen und schließlich aus Essigester umkrystallisieren, erleidet dabei aber erhebliche Verluste. Vorteilhafter ist es, sie zunächst mit Diazo-methan in Desoxy-ciloxansäure-dimethylester zu verwandeln, der aus Methanol in farblosen, zu Sternchen vereinigten Nadeln vom Schmp. 85–87° herauskommt.

3.750 mg Subst. (mehrere Tage bei Zimmer-Temperatur im Vakuum getrocknet): 10.130 mg CO₂, 3.485 mg H₂O.

C₂₄H₄₀O₄. Ber. C 73.42, H 10.38. Gef. C 73.67, H 10.40.

Beim Verseifen mit methylalkoholischer Kalilauge ergibt er reine Desoxy-ciloxansäure, aus Essigester kugelig zusammenstehende Nadelchen vom Schmp. 187–188°.

2.720 mg Subst. (im Vakuum bei 120° getrocknet): 7.235 mg CO₂, 2.455 mg H₂O.

C₂₂H₃₆O₄. Ber. C 72.50, H 9.96. Gef. C 72.57, H 10.10.

Wir danken der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft und der J. D. Riedel A.-G. für ihre gütige Hilfe, die uns die Durchführung dieser Arbeit ermöglichte, Hrn. Dr. E. A. Bodenstein für die darin veröffentlichten Mikroanalysen.

224. W. Borsche und E. Feske: Über 3,3',5,5'-Tetranitro-2,2'-dimethoxy-diphenyl.

[Aus d. Chem. Institut d. Universität Frankfurt a. M.]

(Eingegangen am 4. April 1927.)

Im letzten Heft dieser Zeitschrift¹⁾ beschreibt H. Raudnitz die Nitrierung von 2,2'-Dimethoxy-diphenyl mit Äthylnitrat + konz. Schwefelsäure. Sie hat ihn zum 3,3'.5,5'-Tetranitro-2,2'-dimethoxy-diphenyl geführt, das schon Borsche und Scholten aus dem gleichen Ausgangsmaterial durch Nitrieren mit Salpetersäure $d = 1.52$ + konz. Schwefelsäure erhalten hatten. Hr. Raudnitz betont, daß der Schmp. seines Präparates (187°) von dem von Borsche und Scholten angegebenen (177°) „beträchtlich differierte“. Woher das kommt, können wir nicht sagen. Wir möchten die Schuld dafür aber nicht bei Borsche und Scholten suchen. Denn wir haben den Stoff unabhängig von der Raudnitzschen Veröffentlichung schon vor einiger Zeit aus bestimmten Gründen wiederholt auf anderem Wege dargestellt, nämlich durch Methylieren von 2 g 3,3'.5,5'-Tetranitro-2,2'-dioxy-diphenyl in 50 ccm Aceton mit einem Überschuß ätherischer Diazo-methan-Lösung, und nach dem Umkrystallisieren bis zu konstantem Schmp. letzteren wieder bei 177° beobachtet. Unser Präparat bildete hellgelbe, flache Nadeln. Von seiner Reinheit haben wir uns durch eine Methoxyl-Bestimmung überzeugt:

3.865 mg Subst.: 4.630 mg AgJ. — C₁₄H₁₀O₁₀N₄. Ber. OCH₃ 15.74. Gef. OCH₃ 15.83.

¹⁾ B. 60, 738 [1927].

²⁾ B. 50, 608 [1917].