

$C_{12}H_{18}O_2$  vom Smp.  $102^{\circ}$ . Den gleichen Körper erhielten wir in guter Ausbeute beim Kochen von Tricyclo- oder Bicyclo-eksantalsäure während 2 Stunden mit dem 5-fachen Volumen 100-proz. Ameisensäure. Die tiefrote Lösung goss man in Wasser, wobei das fast farblose Lacton fest ausfällt. Umkrystallisieren aus wässrigem Alkohol führte zum analysenreinen Körper, der ausgehend von beiden Säuren nach Schmelzpunkt und Mischprobe  $103^{\circ}$ — $104^{\circ}$  identisch war.

$C_{12}H_{18}O_2$	Ber. C 74,2	H 9,3%
	Gef. „ 74,0	„ 9,5%

Die Analysen wurden in unserer mikrochemischen Abteilung (Leitung Dr. M. Furier) ausgeführt.

Organisch-chemisches Laboratorium der Eidg. Techn. Hochschule Zürich.

#### 40. Une nouvelle synthèse de la 1-méthyl-phénazine

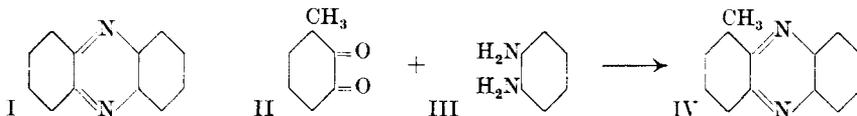
par Camille Mermod.

(15. II. 35.)

Au cour d'un précédent travail<sup>1)</sup>, nous avons montré la généralité de la méthode de synthèse d'*Hinsberg*<sup>2)</sup>, d'après laquelle une azine prend naissance lorsqu'on fait agir une orthodicétone sur une orthodiamine.

Nous avons obtenu de cette façon la phénazine (I) par condensation de l'o-benzoquinone avec l'o-phénylènediamine, la 2-méthyl-phénazine à partir de la 4-méthyl-1,2-benzoquinone et de l'o-phénylènediamine, ainsi que d'autres azines de structure simple.

A cette époque, nous n'avions pas vérifié la validité de la méthode pour la 1-méthyl-phénazine (IV). Bien que cette substance ait été obtenue depuis lors par condensation de l'o-toluylènediamine avec l'o-benzoquinone<sup>3)</sup>, il nous a paru intéressant de la préparer à partir de la 3-méthyl-1,2-benzoquinone (II) et de l'o-phénylènediamine (III).



Une solution de 0,4 gr. de 3-méthyl-pyrocatechine<sup>4)</sup>, dans 20 cm<sup>3</sup> d'éther anhydre est agitée pendant dix minutes avec 2 gr. d'oxyde

<sup>1)</sup> *Kehrmann et Mermod, Helv. 10, 63 (1927).*

<sup>2)</sup> *B. 17, 319 (1884).*

<sup>3)</sup> *Mc. Combie, Scarborough et Waters, Soc. 1928, 355.*

<sup>4)</sup> *Fahlberg, List & Co., D.R.P. 256345 (24/3. 1912; 10/2. 1913); Frdl. 11, 191.*

d'argent, en présence de 2 gr. de sulfate de sodium calciné; on obtient ainsi la 3-méthyl-1,2-benzoquinone<sup>1)</sup>.

Après filtration, la solution est additionnée de 0,4 gr. d'ophénylènediamine dissoute dans l'éther anhydre. La condensation s'effectue rapidement. On laisse reposer pendant 24 heures et isole l'azine d'après la méthode précédemment décrite<sup>2)</sup>.

La substance donne avec l'acide sulfurique concentré une coloration rouge vineux intense, qui vire à l'orange puis au jaune par addition d'eau. Elle fond à 108° et est identique à la 1-méthylphénazine décrite par *Mc. Combie, Scarborough et Waters*.

Une analyse de contrôle a donné le résultat suivant:

2,464 mgr. subst. ont donné 0,324 cm<sup>3</sup> N<sub>2</sub> (20°, 717 mm.)

C<sub>13</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>    Calculé N 14,43    Trouvé N 14,46%

M. le Professeur *H. Goldstein* a eu l'aimable obligeance de mettre à ma disposition la bibliothèque de l'école de chimie; qu'il me soit permis de lui présenter l'expression de ma gratitude.

Pully près Lausanne, Laboratoire privé de l'auteur.

---

## 41. Réactivité et constitution des acides nitrique et sulfurique.

### I. Quelques considérations générales

par **E. Briner.**

(15. II. 35.)

On sait l'importance de ces deux acides pour la préparation d'innombrables substances; on sait aussi la masse considérable d'expériences acquises dans la connaissance des conditions de concentration, de milieu, de température, de durée, qui conviennent le mieux à la mise en œuvre de ces acides pour les divers buts poursuivis. Il est cependant une question dont les expérimentateurs ne se sont pas toujours préoccupés: il s'agit du rattachement de l'aptitude réactionnelle de ces acides à leur constitution réelle. Cette constitution, ou plutôt ces constitutions, car elles sont essentiellement variables avec les conditions expérimentales, ont échappé, il est vrai, souvent aux moyens d'investigation dont on disposait.

Quelles sont, par exemple, les liaisons entre l'action sulfonante de l'acide sulfurique et la constitution de cet acide? Il est bien connu que, pour atteindre de bons rendements dans la sulfonation, il importe de prendre un acide concentré et d'opérer en présence d'un très grand excès d'acide, sinon la réaction se ralentit et s'arrête même

<sup>1)</sup> *Willstätter et Müller*, B. **44**, 2178 (1911).

<sup>2)</sup> *Kehrmann et Mermod*, l. c.