(Base: Zp. 156°, Chlorhydrat Zp. 226°.) Aus dieser Tatsache können wir zurückschliessen, dass bei der Nitrierung des Selencyan-*p*-acetoxyphenyl mit $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$ die Nitrogruppe in die *o*-Stellung zur Oxygruppe eintritt.

Die diesmal erhaltenen, neuen Verbindungen sind:

- 1) *m*-Benzalamino-*o*-Oxyazobenzol. Orangerote Nadeln. Zp. 123°.
- 2) *m*-Benzalamino-*o*-acetoxyazobenzol. Orangefarbene, sandige Masse. Zp. 125°
- 3) *m*-Amino-*o*-acetoxy-azobenzolchlorhydrat. Orangefarbige Nadelchen. Zp. 179°.
- 4) *m*-Selencyan-*o*-acetoxyazobenzol. Fp. 108°. Orangerote, kurze, kleine Säulen.
- 5) 3,3'-Diamino-4,4'-dioxydiphenyldiselenid (II. Mitteilung). Zp. 156°. Gelbe Nadeln.
- 6) Chlorhydrat der Verbindung (5). (II. Mitteil.). Zp. 226°. Gelbe körnige Masse.

S. Aoyama und C. Tashiro: *Über Erstarrungspunktskurve des Gemisches aus p-Nitrophenetol und p-Nitrochlorbenzol.*

(Aus der Abteilung für Arzneimittelfabrikation des Tokio-Gesundheitslaboratoriums.)

Bisher existieren keine Angaben über Erstarrungspunktskurve des Gemisches aus *p*-Nitrophenetol und *p*-Nitrochlorbenzol. Verff. sahen sich genötigt, bei ihrer Untersuchung behufs Herstellung des *p*-Nitrophenetol aus *p*-Nitrochlorbenzol diese Zeichnung zu machen.

p-Nitrochlorbenzol wurde aus Chlorbenzol dargestellt, während *p*-Nitrophenetol durch Äthylierung des *p*-Nitrophenol mit Chloräthyl hergestellt wurde. Beide Substanzen wurden mehrmals aus Alkohol umkristallisiert und zuletzt über Ätzkali längere Zeit unter vermindertem Druck getrocknet.

Bestimmung des Erstarrungspunkts.

<i>p</i> -Nitrophenetol	100%	Erstarrungspunkt	57,4° (korrigiert)
	90%	„	51,8°
	79,78%	„	45,2°
	69,93%	„	38,9°

65,0%	Erstarrungspunkt	34,3°
60,01%	„	32,3°
56,5%	„	27,5° (Eutekt. vermutet)
55,5%	„	28,3°
55,0%	„	29,7°
50,0%	„	38,0°
45,0%	„	43,9°
40,0%	„	48,8°
34,6%	„	55,2°
20,11%	„	68,1°
p-Nitrochlorbenzol 10,1%	„	83,0°

T. Munesada u. S. Yamamoto: *Über die pharmakognostischen Untersuchung der Rinde von einigen Acanthopanax-Arten.*

Y. Asahina u. F. Fujikawa: *Über die Konstitution der Obtusatsäure. (Untersuchungen über Flechtenstoffe, XI.) Ber. 65 580 (1932)*

Y. Asahina u. F. Fujikawa: *Über die Synthese der Diffractasäure. (Untersuchungen über Flechtenstoffe, XII.) Ber. 65 583. (1932)*

Y. Asakina u. J. Asano: *Über die Konstitution der Olivetorsäure, II. (Untersuchungen über Flechtenstoffe, XIII.) Ber. 65 584. (1932)*

Hideki Suzuki, Ichiro Keimatsu und Mikizo Ito: *Über die Alkaloide der chinesischen Droge "Chin-Shih-Hu". (I. Mitteil.)*

温するに verseifen に依り濃赤褐色の溶液を得べし。温時夫に $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ の粉末を少量宛添加するに濃紫色を呈し次で桃色を経て遂に殆んど無色と爲り液面に不溶の Anilin を浮游すべし。 $\text{Na}_4\text{S}_2\text{O}_4$ 使用量約 9g, この期を還元の終末となし, Aether にて Anilin を去り澄明なる水層を取り夫に水洗 CO_2 瓦斯を導入す。黄色析出物を Aether に溶取し、芒硝にて乾燥後 Aether を去れば、砂狀黄色物質を得。

酸及び Aetzalkali に易溶、酸性溶液より Na-Acetate にて再析出、精製を行ふ事を得べし。 Zp. 156° 第二報報告の物質との混融に於て變化なし。得量 0.5g (殆んど理論量に近し)。

Base を少量の HCl 性 Alkohol に溶解し、無水 Aether に投じて得たる HCl-Salz の Zp. 226° にして是亦前報告 (第二報 loc. cit.) の HCl-Salz に全く相一致する物なり。

パラニトロフェネトールとパラニトロクロル ベンゾールの混合物の凝固點曲線

青山 新 次 郎
田 代 長 司

(内務省東京衛生試験所)
(昭和 7 年 10 月 15 日受理)

S. Aoyama u. C. Tashiro: Über Erstarrungs-
punktskurve des Gemisches aus *p*-Nitro
phenetol und *p*-Nitrochlorbenzol.

パラニトロフェネトールとパラニトロクロルベンゾールの混合物の凝固點曲線に就ては現今迄報告せられたるものなし。

著者等はパラニトロクロルベンゾールよりパラニトロフェネトールの製造法研究に際し必要上この圖を作成したり。

パラニトロクロルベンゾールはクロルベンゾールより、又パラニトロフェネトールはパラニトロフェノールをクロルエチルにてエチル化して製し兩者共數回アルコールより再結晶し最後に苛性カリ上に長時間減壓乾燥せり。

凝固點測定はベックマン氏の装置を用ひ檢温器は $\frac{1}{10}$ 刻度 PTR 檢定付 7 本組のものにして 0° に於て標準比較を行ひたり (水の凝固點)。其結果は次の如し

P-Nitrophenetol	P-Nitrochlorbenzol	凝固点
100.00%	0.00	57.4°(補正)
90.00%	10.00%	51.8°
79.78%	20.22%	45.2°
69.93%	30.07%	38.9°
65.00%	35.00%	34.3°
60.01%	39.99%	32.3°
55.50%	44.50%	28.3°
55.00%	45.00%	29.7°
50.00%	50.00%	38.0°
45.00%	55.00%	43.9°
40.00%	60.00%	48.8°
34.60%	65.40%	55.2°
30.11%	79.89%	68.1°
0.00	100.00%	83.0°

これを図示すると次の如くなる。即この混合物の凝固点曲線はパラニトロフェネール 56.5%パラニトロクロルベンゾール 43.5%の点(推定)に1個の共融点を有しその凝固点は 27.5° なり。

(昭和7年10月 東京衛生試験所製薬部にて)

パラニトロフェネール百分率