

Die entwässerte Verbindung ergab:

	Gefunden	Berechnet für C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O <sub>4</sub>
C	54.53 pCt.	54.54 pCt.
H	4.54 -	3.90 -

Das Filtrat vom protocatechusauren Blei, welchem die letzten Reste Protocatechusäure durch Kochen mit Bleicarbonat entzogen worden waren, ergab beim Ausschütteln mit Aether noch etwas einer dritten Säure, deren Untersuchung noch nicht beendet ist.

Es wurden etwa 20 pCt. der theoretisch berechneten Menge an Spaltungssäuren erhalten.

Der Zerfall des Alizarins bestätigt also die Constitution, welche Baeyer und Caro aus der Synthese desselben aus Phtalsäure und Brenzcatechin geschlossen haben.

Berlin, organ. Laborat. d. techn. Hochschule.

**317. C. Liebermann : Exsiccator für Schwefelkohlenstoff, Aether, Chloroform, Benzol.**

(Eingegangen am 25. Juni.)

Bisweilen kommt man in die Lage, grössere Mengen der oben genannten Lösungsmittel zur Gewinnung in ihnen gelöster Substanzen ohne Anwendung von Wärme verdunsten zu müssen. Fälle dieser Art treten z. B. beim Umkrystallisiren von Chinon oder von Pentabromresorcin ein. Die Ausführung dieser Operation in den Laboratoriumsräumen ist wegen der bekannten Eigenschaften der in Betracht kommenden Dämpfe und des Verlustes des Lösungsmittels oft recht unangenehm. Ich vermeide diese Uebelstände, indem ich die Verdunstung in einem gewöhnlichen Exsiccator vor sich gehen lasse, welcher statt mit Schwefelsäure mit Stücken möglichst niedrig schmelzenden Paraffins (am besten Rohparaffin) beschickt ist. Die Verdunstung der über Paraffin gestellten Lösungen geht sehr rasch von Statten; das Paraffin zerfliesst zuerst, ohne dass indess damit schon die Absorptionsfähigkeit aufhört. Bei einigen zur Gewinnung numerischer Anhaltspunkte angestellten Versuchen absorbierte das Paraffin sein gleiches Gewicht an:

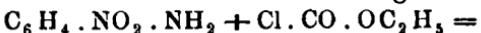
Schwefelkohlenstoff	in 4—5 Stunden
Aether . . . . -	8—9 -
Chloroform . . . . -	9—11 -

Für Benzol ist der Vorgang beträchtlich langsamer. Das Paraffin vermag mehr als sein dreifaches Gewicht an Schwefelkohlenstoff und mehr als sein zweifaches an Aether aufzunehmen. Die angewendeten Lösungsmittel können durch Destillation der entstandenen Paraffinlösung leicht ganz rein wiedergewonnen werden. Zu gleichem Zweck lassen

sich überall da, wo es auf absolute Analysenreinheit der Substanz nicht ankommt, an Stelle des Paraffins die höher siedenden flüssigen Kohlenwasserstoffe des Steinkohlentheers mit demselben Erfolg anwenden. Es liegt auf der Hand, dass die gleichen Mittel bisweilen werden benutzt werden können, um Gase, z. B. das Leuchtgas, von einem Gehalt an Schwefelkohlenstoff zu reinigen.

**318. Ch. Rudolph: Ueber einige Derivate des Orthonitranilins.**  
 [Mittheilung aus dem Göttinger Universitätslaboratorium.]  
 (Eingegangen am 27. Juni.)

Orthonitranilin wurde, in Chloroform gelöst, mit Chlorkohlen-säureäther am Rückflusskühler erhitzt. Unter Entwickelung von Salzsäure bildete sich nach der Gleichung



Orthonitrophenylurethan, welches nach dem Abdestilliren des Chloroforms durch Umkristallisiren aus Petroleumäther in klaren, schwefelgelben Prismen von bedeutender Längenausdehnung gewonnen wurde. Es schmilzt bei 58°.

0.2138 g lieferten 25.5 ccm feuchten Stickstoff bei 17° C. und einem Barometerstande von 756 mm = 0.029437 g N = 13.77 pCt.

Berechnet	Gefunden
N 13.33 pCt.	13.77 pCt.

Durch Reduction des Orthonitrophenylurethans mit Zinn und Salzsäure oder mit Zinnchlorür und Salzsäure erhält man nach dem Entfernen des Zinns durch Schwefelwasserstoff und Eindampfen des Filtrats das salzaure Orthoamidophenylurethan in farblosen, grossen Tafeln, die in Wasser ungemein leicht löslich sind. Das Salz kristallisiert ohne Krystallwasser.

1.031 g gaben 0.6818 g Chlorsilber = 16.36 pCt. Chlor.

Berechnet für	Gefunden
$\text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{NH}_2 \cdot \text{NHCO} \cdot \text{OC}_2\text{H}_5, \text{HCl}$	
Cl 16.40	16.36.

Alkalien scheiden aus der wässerigen Lösung dieses Salzes das Orthoamidophenylurethan als krystallinischen Niederschlag ab, doch bleibt ein Theil der Base in der Lauge gelöst; ohne vorher zu filtriren, nimmt man daher zweckmässig die Base in Aether auf, destillirt den Aether ab und reinigt durch Umkristallisiren aus Wasser oder aus einem Gemisch von Aether und Petroleumäther. Lange, farblose, asbestähnliche Nadeln, welche bei 86° schmelzen. Bei der Analyse derselben wurden folgende Zahlen erhalten:

0.21 g lieferten 0.4627 g Kohlensäure = 60.1 pCt. Kohlenstoff  
 0.131 - Wasser = 6.98 - Wasserstoff.