

stallisirt aus Wasser in silberweissen Schüppchen. Bei 130° C. getrocknet gab das Salz folgende Zahlen:

Berechnet	Gefunden
Ba 24.16	24.13 24.05 pCt.

Das Kalksalz krystallisiert aus Wasser in glänzenden Blättchen.

Das bei 130° getrocknete Salz ergab:

Berechnet	Gefunden
Ca 8.51	8.49 pCt.

Einwirkung von Schwefelsäure auf Monobromdimethyl-anilin.

Erhitzt man gleiche Gewichtstheile Monobromdimethylanilin und concentrirte Schwefelsäure im Oelbad auf 180°, giesst alsdann das Reaktionsprodukt in Wasser und sättigt die Flüssigkeit mit Barythdrat, so erhält man das Barytsalz einer bromfreien Sulfosäure. Das Salz hatte in seinem Aussehen die grösste Aehnlichkeit mit dimethylanilinsulfosäurem Baryum und auch die Barytbestimmungen gaben für dieses Salz gut stimmende Zahlen.

Berechnet	Gefunden
Ba 25.61	25.76 25.61

Zürich, Laboratorium des Prof. V. Meyer.

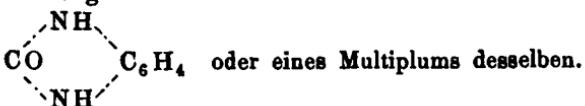
416. W. Michler und A. Zimmermann: Ueber substituirte Harnstoffe.

(Eingegangen am 27. September; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Chlorkohlenoxyd und Metaphenylendiamin.

Löst man Metaphenylendiamin in Chloroform und sättigt die Lösung mit Chlorkohlenoxyd, so erstarrt sie sehr bald zu einer breiigen Masse. Als dann wird das Chloroform abdestillirt und der Rückstand mit salzsäurehaltigem Wasser ausgezogen. Es hinterbleibt ein weisses, amorphes Pulver, das in den gewöhnlichen Lösungsmitteln fast ganz unlöslich ist. Alkohol löst es nur spurweise auf. Beim Erhitzen auf 300° C. beginnt es sich zu bräunen ohne vorher zu schmelzen.

Um für die Analyse ein hinreichend reines Präparat zu erhalten, wurde das Produkt mehreremal tüchtig mit absolutem Alkohol ausgewaschen und dann mehrere Tage über Schwefelsäure im Vacuum stehen gelassen und alsdann analysirt. Die bei der Analyse erhaltenen Zahlen stimmen für die Formel eines Phenylharnstoffs von der Zusammensetzung



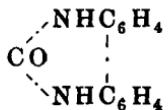
	Berechnet	Gefunden
C	62.68	62.74 pCt.
H	4.47	5.02 -

Durch Erhitzen mit Salzsäure auf 160—170° wird der Harnstoff in Kohlensäure und Metaphenylendiamin gespalten.

Chlorkohlenoxyd und Benzidin.

Wird Benzidin in Chloroform gelöst und die Lösung mit Chlorkohlenoxyd gesättigt, so findet ebenfalls sehr rasch Einwirkung statt. Nach erfolgter Sättigung wurde das Chloroform abdestillirt, der Rückstand mit salzsäurehaltigem Wasser ausgezogen und filtrirt. Der Filterrückstand wurde alsdann getrocknet und fein zerrieben, dann mehrerermais mit absolutem Alkohol ausgekocht. Durch diese Reinigung erhält man schliesslich ein weisses Produkt. Der Körper ist amorph und in den gewöhnlichen Lösungsmitteln unlöslich. Auf 250° erhitzt beginnt er sich zu bräunen, über 300° erhitzt sublimirt er unter partieller Zersetzung und Hinterlassung von Kohle.

Da das Rohprodukt als solches nicht zu der für die Analyse erforderlichen Reinheit gebracht werden konnte, so wurde es aus einer schwer schmelzbaren Röhre im Kohlensäurestrom in einen vorgelegten Kolben mit absolutem Alkohol sublimirt. Dabei empfahl es sich jeweilen nur kleinere Mengen des Körpers in pulverisirtem Zustand auf eine 4—5 cm lange Strecke im Rohr gleichmässig auszubreiten und behutsam zu erhitzen. Der Verlust durch Verkohlung kann auf diese Weise bedeutend vermindert werden. Das durch den Kohlensäurestrom fortgeföhrte, schön gelb gefärbte Sublimat wird theils durch den Alkohol aufgenommen, theils schlägt es sich schon vorher in dem in den Kolben mündenden Röhrenteil nieder, aus welchem es durch einen Glasstab mit Hackenform von Zeit zu Zeit in den Kolben gebracht werden muss. Der so gewonnene Körper wurde hierauf behufs Trennung von den anderen durch Zersetzung gebildeten Produkten mehrmals mit gewöhnlichem Alkohol aufgekocht und filtrirt, und dasselbe mit absolutem Alkohol wiederholt. Trotz sorgfältigster Trocknung durch Wochen langes Stehenlassen im Vacuum über Schwefelsäure und Erhitzen ergaben die Analysen doch um ca. ein Prozent zu niedrige Zahlen für den Kohlenstoff, als die Formel:

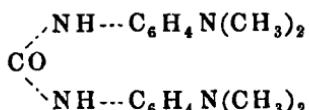


es verlangt. Der Wasserstoffgehalt wurde stets bedeutend zu hoch gefunden. Die bei der Analyse erhaltenen Zahlen sind folgende:

Berechnet	Gefunden	
	I	II
C 74.28	73.71	73.29 pCt.
H 4.76	5.58	5.32 -

Paraamidodimethylanilin und Chlorkohlenoxyd.

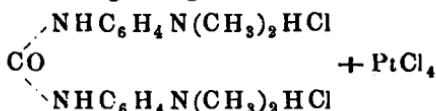
Leitet man in die Lösung von Paramidodimethylanilin Chlorkohlenoxyd ein, so entsteht nach kurzer Zeit eine weisse Trübung und nach beendeter Sättigung bildet das Reaktionsprodukt eine breiartige Masse. Nach einem Stehen wurde das Chlorkohlenoxyd abdestilliert und der Rückstand mit Wasser ausgezogen. Es hinterblieb hierbei ein dunkel gefärbter basischer Rückstand. Derselbe wurde mehrere Male in Salzsäure gelöst und darauf mit Ammoniak niedergeschlagen. Als dann wurde er mit wenig Alkohol erwärmt, wobei die färbenden Substanzen allmählig in Lösung gingen. Hierauf wurde er mit viel Alkohol gekocht, beim Erkalten der alkoholischen Lösung schieden sich kleine Nadeln ab; dieselben schmelzen bei 246° C., in Wasser sind sie unlöslich und sehr schwer löslich in Alkohol. Die Analyse gab für die Formel



stimmende Resultate:

Berechnet	Gefunden	
C 68.45	68.13	68.05 pCt.
H 7.38	7.59	7.70 -

Die Lösung des salzauren Salzes des Harnstoffs gibt mit Platinchlorid einen orangefarbenen Niederschlag eines Platindoppelsalzes, das der Platinbestimmung zufolge die Zusammensetzung



hat.

Berechnet	Gefunden	
Pt 27.7	27.51	27.60 pCt.

Die Verbindung scheint ihren Eigenschaften nach identisch zu sein mit dem substituirten Harnstoff, welcher von Binder (diese Berichte XII, 536) auf anderem Wege erhalten worden ist.

Zürich, Laboratorium des Prof. V. Meyer.