

eine Wasserturbine, die an demselben Gestell, auf dem der Apparat montirt ist, befestigt ist, bewegt. Mit Hülfe eines auf den oberen Tubus des in der Figur rechts gelegenen Gefässes aufgesetzten T-Rohres wird das aus der Turbine ausfliessende Wasser in den Apparat geleitet, während der Ueberfluss durch das nach unten gebogene Ende des T-Rohres nach aussen tritt. Das durch das rechte Gefäss einfliessende Wasser drängt das Wasser aus diesem Gefäss durch die Verbindungsröhren in das linke seitliche Gefäss, aus dem es durch den oberen Tubus mittels einer kurz abgeschnittenen Glasröhre nach aussen fliesst.

Bei diesem Apparate werden Undichtigkeiten, wie sie beim Knicken von Pergamentschläuchen vorkommen, vermieden. Die zu dialysirende Flüssigkeit lässt sich während der Dialyse unausgesetzt beobachten und wird durch den Rührer fortwährend gemischt, sodass die Diffusion innerhalb der Flüssigkeit eliminirt wird. Der Vortheil dieses Mischens, auf den bereits A. Gürber<sup>1)</sup> hingewiesen hat, kommt um so mehr zur Geltung, je durchlässiger die verwendete Membran ist.

Der Apparat wird durch die Firma Franz Hugershoff in Leipzig in drei Grössen ausgeführt. Das mittlere Gefäss des grössten Apparates fasst ca. 2.5 Liter. Selbstverständlich lässt sich auch destillirtes Wasser verwenden, in welchem Falle das aus der Turbine ausfliessende Wasser vollständig nach aussen geleitet wird.

Leipzig, 2. Juli 1898.

### 308. D. Vorländer und P. Herrmann: Ueber Malonsäuremethylanilid.

[Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Halle a/S.]

(Eingegangen am 11. Juli.)

Das Methylanilid der Malonsäure ist bereits von Freund<sup>2)</sup> beschrieben worden. Aus der vorliegenden Abhandlung geht hervor, dass das Anilid in Form seiner Natriumverbindung wie der Malonsäureester zu Synthesen verwendet werden kann.

#### Darstellung des Methylanilids.

30 g Malonsäureamid werden mit 150 g Methylanilin im Oelbade 6 Stunden auf 200°, dann noch mehrere Stunden allmählich bis 240° steigend erhitzt, bis keine Ammoniakentwicklung mehr bemerkbar ist. Man destillirt das überschüssige Methylanilin vollständig im Wasserdampfstrom ab und dann erstarrt das zurückbleibende braune

<sup>1)</sup> Verhandlungen der physik.-med. Ges. Würzburg 28.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 17, 137.

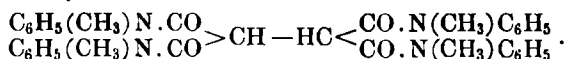
Oel krystallinisch. Das Rohproduct (65—70 g) wird in kochendem Aether gelöst und durch langsames Verdunsten des Lösungsmittels zur Krystallisation gebracht. Es lässt sich auch durch fractionirtes Fällen der ätherischen Lösung mit Petroläther reinigen. Erhalten: 50 g.

Schmp. 108—109°; tafelige Prismen aus Aether. Es krystallisirt nach der Reinigung mit Aether leicht aus kochendem Wasser oder aus wenig wasserhaltigem Methylalkohol; nicht löslich in Salzsäure.

#### Verhalten gegen Natrium.

Auf Zusatz der äquivalenten Menge Natriumhydrat zur Lösung des Methylanilids in der 10-fachen Menge trocknen Benzols entwickelt sich Wasserstoff, und das Metall verschwindet nach etwa 12-stündigem Stehen oder beim Erwärmen vollständig. Das entstandene Natriumsalz des Methylanilids bleibt grösstentheils im Benzol gelöst.

Methylanilid der Aethantetracarbonsäure,



Zu einer aus 11 g Methylanilid, 100 ccm trockenem Benzol und 0.9 g Natrium bereiteten Lösung des Natriumsalzes lässt man eine Lösung von 5 g Jod in 150 ccm Benzol tropfen. Die Farbe des Jods verschwindet rasch, und mit dem Jodnatrium scheidet sich ein harziger, bräunlicher Niederschlag ab. Die filtrirte Flüssigkeit hinterlässt beim freiwilligen Verdunsten 8.2 g Reactionsproduct, welches nach dem Umkrystallisiren aus Weingeist in kleinen, glänzend-weißen Prismen krystallisirt.

Schmp. 231° ohne Zersetzung; enthält kein Jod; löslich in Chloroform und kochendem Benzol; wenig löslich in Aceton.

Ber. C 72.6, H 6.1, N 10.0.

Gef. » 72.4, » 6.4, » 10.0.

Mol.-Gew. in Naphtalinlösung: Ber. 562.

Gef. 586 u. 553.

Durch Spaltung der Verbindung mit kochender Salzsäure entsteht Bernsteinsäure, welche Essigester der sauren Flüssigkeit entzieht.

Aequiv. d. Titr.: Gef. 61. Ber. 59.

#### Jodmalonsäuremethylanilid.

Wie oben erwähnt, enthält das bei der Einwirkung von Jod entstandene Jodnatrium einen harzigen Körper, der nach mehrmaligem Verreiben mit Wasser in fester Form zurückbleibt. Dieser ist jodhaltig und krystallisirt aus Alkohol in schönen, silberglänzenden Blättchen.

Schmp. unter Zersetzung bei etwa 164° nach vorhergehender Braunfärbung; sehr löslich in Chloroform und warmem Aceton; löslich in kochen-

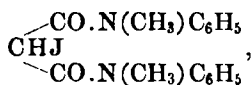
dem Benzol, weniger in kaltem; kaum löslich in Aether. Beim Kochen mit Natronlauge entsteht Jodnatrium.

Ber. J 31.1, N 6.9.

Gef. » 31.1, » 7.2.

Mol.-Gew. in Naphtalinlösung: Ber. 408. Gef. 423.

Diese jodhaltige Verbindung, welche wir für Jodmalonsäuremethylanilid,



halten, entstand bei verschiedenen Versuchen, je nach den Bedingungen in wechselnden Mengen, bei einem Versuch sogar als Hauptproduct, als das Jod in absoluter alkoholischer Lösung ziemlich schnell zugesetzt wurde.

#### Anlagerung von Malonsäuremethylanilid an Zimmtsäureester.

Die absolut alkoholische Lösung von Natriummalonsäuremethylanilid und Zimmtsäureäthylester (in gleichmolekularer Menge) wird 6 Stunden im Wasserbade erwärmt. Man filtrirt von einer geringen Menge zimmtsäuren Natriums ab und lässt die Flüssigkeit 20 Tage mit überschüssiger Kalilauge im verschlossenen Gefäss stehen. Nach dem Abdunsten des Alkohols entzieht Aether der alkalischen Flüssigkeit Methylanilin, und durch verdünnte Schwefelsäure wird ein öliges Säuregemisch gefällt. Dieses ergiebt, nach der Spaltung mit kochender Salzsäure, Zimmtsäure und  $\beta$ -Phenylglutarsäure.

Beim Erkalten und Eindampfen der salzsauren Lösung krystallisirt Zimmtsäure zuerst aus, dann folgt Phenylglutarsäure, welche man schliesslich auch mit Aether extrahiren kann.

Beide Säuren sind leicht durch ihr Verhalten gegen Permanganatlösung und durch Esterificirung mit Methylalkohol und wenig conc. Schwefelsäure von einander zu unterscheiden. Der Methylester der  $\beta$ -Phenylglutarsäure krystallisirt aus Methylalkohol in langen, weissen Prismen oder Nadeln. Schmp. 86—87°. (Zimmtsäuremethylester: 35°.)

Ber. C 66.1, H 6.8.

Gef. » 65.5, » 6.9.

Die Phenylglutarsäure kann in beliebigen Mengen aus Zimmtsäureester und Natrium-Malonsäureester dargestellt werden<sup>1)</sup>; wir haben sie in eine Anzahl von Derivaten (Anhydrid, Imid, Anilsäure u. A.) verwandelt. Es ist ersichtlich, dass die Anlagerung von Malonsäuremethylanilid an Zimmtsäureester in derselben Weise verläuft, wie beim Malonsäureester selbst.

<sup>1)</sup> Michael, Journ. f. prakt. Chem. (2), 35, 352.