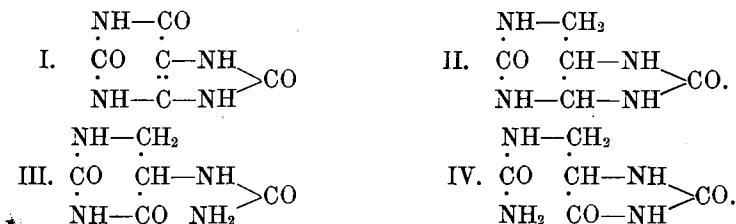


Zerfall des Phenylharnstoffs unter Kohlensäureentwicklung und Bildung von Diphenylharnstoff tritt schon beim Kochen mit Wasser ein: Beim Kochen von 1 g Phenylharnstoff mit 10 ccm Wasser am Rückflußkühler schien die Kohlensäureabspaltung nach ca. 15 Stunden beendet zu sein. Es waren ca. 0.3 g Diphenylharnstoff (ca. 40 % der theoretisch möglichen Menge) gebildet, während aus der freien Anilin- und Ammoniak enthaltenden Lauge beim Eindampfen etwa 0.4 g Phenylharnstoff unverändert zurückgewonnen wurden.

[Mitteilung aus dem Chemischen Institut der Universität Würzburg.]
(Eingegangen am 12. August 1907.)

Für das Puron darf nach seiner Entstehungsweise und seinem Verhalten bei der Barytspaltung die Formel II als sichergestellt gelten, und auch für die Tetrahydroharnsäure²⁾ lassen die bisherigen Versuchsergebnisse nur die Wahl zwischen den Formeln III und IV. Dagegen ist das Wesen der eigentümlichen Isomerie zwischen Puron und Isopuron noch unaufgeklärt.



¹⁾ Diese Berichte **34**, 258 [1901]. ²⁾ Diese Berichte **34**, 1181 [1901].

$C_5H_8O_2N_4$ entsprechend gefunden. Weiter haben wir das reaktionsfähige Isopuron abgebaut, und wenn auch die bis jetzt gewonnenen Resultate eine endgültige Entscheidung der Konstitutionsfrage nicht zulassen, so wollen wir doch über dieselben berichten, weil der Eine von uns (Houseman) sich weiterhin nicht mehr an der Arbeit beteiligen kann.

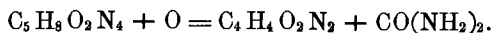
Schon früher wurde hervorgehoben, daß das Isopuron im Gegensatz zum Puron ungesättigten Charakter hat und z. B. Brom gierig aufnimmt. Dasselbe geschieht mit Jod, und zwar werden von beiden 2 Atome pro Molekül verbraucht. Es läßt sich darauf eine jodometrische Bestimmung des Isopurons gründen, welche uns bei der Ausarbeitung eines Trennungsverfahrens für die Produkte der elektrolitischen Reduktion der Harnsäure (Puron, Isopuron und Tetrahydroharnsäure) unersetzliche Dienste geleistet hat.

Aus der mit Brom gesättigten, wäßrigen Lösung des Isopurons haben wir ein Isomeres der Tetrahydroharnsäure abgeschieden¹⁾, welches sich also nach der Gleichung bildet:

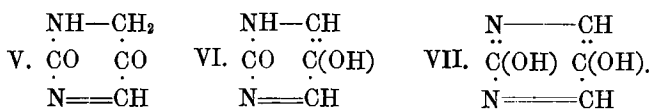


Wir nennen den Körper bis auf weiteres Isotetrahydroharnsäure.

Wird die bromierte Lösung des Isopurons in geeigneter Weise mit Baryt behandelt, so entsteht ein wasserunlösliches Bariumsalz der Zusammensetzung $C_4H_6O_4N_2Ba$, welches mit Säuren ein Isomeres des Uracils $C_4H_4O_2N_2$ liefert. Aus der Mutterlauge des schwer löslichen Bariumsalzes läßt sich neben Harnstoff ein weiterer Körper der gleichen Zusammensetzung $C_4H_4O_2N_2$ isolieren. Wir bezeichnen die beiden Substanzen mit α - und β -Isouracil. Ihre Bildung aus Isopuron erfolgt nach der schematischen Gleichung:



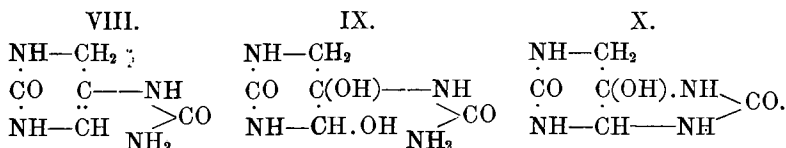
Keine der beiden Substanzen ist mit dem Uracil oder dem Pyruvin-ureid²⁾ gleicher Zusammensetzung identisch, und auch unter einander zeigen sie große Verschiedenheiten. Das β -Isouracil ist ein sehr beständiger Körper und anscheinend ein Keton, so daß uns für dasselbe die Formel V wahrscheinlich erscheint.



¹⁾ Nach neuen Versuchen, bei denen mich in ausgezeichnete Weise Hr. Dr. Zechentmayer unterstützt hat, ist das primäre Produkt der Einwirkung von Brom ein Körper der Zusammensetzung $C_5H_{10}O_4N_4$, aus dem die Isotetrahydroharnsäure erst durch Wasserabspaltung sich bildet. Tafel.

²⁾ Grimaux, Ann. Chim. Phys. [5] 11, 377.

Das α -Isouracil dagegen ist ziemlich labil; es ist viel stärker sauer als das β -Produkt und zeigt eine ähnliche Eisenchloridreaktion wie das Isopuron. Von den wenigen, überhaupt in Betracht kommenden Formeln halten wir für die wahrscheinlichsten VI oder VII, wonach das α -Isouracil als die Enolform des β -Isouracils erscheint. Der Mißerfolg der bisherigen Versuche, die beiden Isouracile in einander umzuwandeln, läßt uns jedoch diese Formeln mit allem Vorbehalt geben. Gleiches gilt für die Formel VIII, welche uns als der beste Ausdruck für unsere Kenntnisse über das Isopuron erscheint, und nach welcher die Bildung des Körpers aus Puron (II) auf



der Wanderung eines Wasserstoffatoms von Stellung 5 nach 9 beruht.

Als Zwischenprodukt bei der Spaltung des Isopurons in die Isouracile und Harnstoff wäre dann ein Oxydationsprodukt IX anzunehmen, und die Isotetrahydroharnsäure wäre als 5-Hydroxy-puron (X) aufzufassen.

Experimentelles.

Reduktion und Trennung der Reduktionsprodukte.

Die verwendete Harnsäure wurde uns von C. F. Böhringer & Söhne zur Verfügung gestellt, wofür wir denselben besten Dank sagen. Wir haben die Säure vor der Reduktion mehrmals durch Lösen in 7 Teilen warmer, 95-prozentiger Schwefelsäure, Filtrieren durch Asbest und Eingießen in die gleiche Menge heißes Wasser umgefällt. Zwischen diesen Operationen wurde die Säure einmal in warmer Natronlauge gelöst und mit Schwefelsäure ausgefällt. Dadurch konnte das bei der Reduktion auftretende, sehr lästige Schäumen stark herabgesetzt werden. Das Umfällen aus konzentrierter Schwefelsäure wurde so lange fortgesetzt, bis 2 g der Säure sich in 20 ccm 75-prozentiger Schwefelsäure nur mehr mit schwach brauner Färbung auflösten und bei der Reduktion im geschlossenen Apparat unter den früher¹⁾ sub 3 angegebenen Bedingungen (jedoch bei Zimmertemperatur) nach 5 Minuten eine Stromausbeute von ca. 40% gaben. Bei keiner käuflich bezogenen Harnsäure hat sich das erreichen lassen, um so wertvoller war uns das Entgegenkommen der genannten Firma.

Die Reduktion wurde mit je 75 g und 90 Ampère bei 14—17° in größeren, aber den früher gebrauchten²⁾ ganz analog gebauten

¹⁾ Diese Berichte 34, 264 [1901].

²⁾ Ebenda 265. Bezüglich der Einzelheiten der Apparatur sei auf die Dissertation von Houseman: Zur Kenntnis des Isopurons, Würzburg 1906, verwiesen.

Apparaten ausgeführt. (Klemmenspannung ca. 10 Volt.) Die Kühlung des Kathodenbeckers sowohl, als der aus einer Bleischlange bestehenden Anode geschah durch strömenden Alkohol, welcher in Kupferkühlslangen mit Eiskochsalzgemisch stark gekühlt wurde und durch eine gleichfalls von der obengenannten Firma überlassene, vorzüglich wirkende, durch einen Elektromotor angetriebene Zentrifugalpumpe in Zirkulation gehalten wurde.

Um dem Übersäumen der Kathodenflüssigkeit zu begegnen, haben wir mittels eines Wasserstrahlgebläses durch ein dreifach gegabeltes Rohr, dessen Gabeln von oben etwa 1 cm in den Kathodenraum gleichmäßig verteilt hineinragten, mit Ätherdampf gesättigte Luft über die Flüssigkeit geblasen, haben aber diesen Apparat erst in Tätigkeit gesetzt, wenn ein Übersäumen drohte.

Die Verarbeitung des Reduktionsprodukts geschah genau wie früher beschrieben. Die Ausbeute an krystallinischem, mit kaltem Wasser ausgezogenem Rohprodukt betrug 38 g.

Aus diesem wurde zunächst die Tetrahydroharnsäure abgeschieden und zwar am besten durch konzentriertes Ammoniak, eine Methode, welche früher schon zur quantitativen Bestimmung der vorhandenen Tetrahydroharnsäure verwendet worden ist, während damals zur Isolierung derselben 10-prozentige Natronlauge diente. Man reibt 1 Teil des Rohprodukts mit 2 Teilen konzentrierter Ammoniaklösung an, filtriert und fällt aus dem Filtrat die Tetrahydroharnsäure durch konzentrierte Salzsäure. Aus 100 g des Rohprodukts, welche 26% Isopuron¹⁾ enthielten, wurden so 23.5 g fast reine, nur Spuren von Isopuron enthaltende Säure erhalten. Der Rückstand war farblos, wog 62.5 g und enthielt 39% Isopuron. Die weitere Trennung des letzteren vom Puron wurde früher durch Umkrystallisieren aus Wasser bewerkstelligt. Viel weniger verlustreich ist es, die Substanz in der Kälte mit so viel Natronlauge zu verreiben, daß auf 1 Mol. Isopuron 2 Mol. Natron treffen. Die alkalische Lösung wird scharf abgesaugt, das Ungelöste mit wenig Eiswasser nachgewaschen und aus dem Filtrat das Isopuron mit 20-prozentiger Salzsäure gefällt. Es war 96-prozentig, seine Menge betrug aber nur $\frac{2}{3}$ des ursprünglich im Gemisch vorhandenen Isopurons. Der von Alkali nicht gelöste Teil enthielt noch 14% des letzteren, lieferte aber bei einmaligem Umkrystallisieren aus heißem Wasser reines Puron, ebenso die Fällung mit Salzsäure reines Isopuron.

Handelt es sich ausschließlich um die Gewinnung von Isopuron, so wird das von Tetrahydroharnsäure befreite Gemenge nach der Angabe von Tafel (l. c.) mit Natronlauge behandelt, um das Puron in

¹⁾ Bestimmung s. unten.

Isopuron zu verwandeln. Dabei werden zweckmäßig nicht mehr als 15 g des Gemisches auf einmal verarbeitet, weil anderen Falles die angegebenen Bedingungen schwer einzuhalten sind, und deren scharfes Einhalten zum Gelingen notwendig ist. Wir erhielten aus 40 g des Gemisches mit 39% Isopuron 30 g eines 95-prozentigen Produkts. Nach zweimaligem Umkrystallisieren aus heißem Wasser, welches nur mit geringen Verlusten verbunden ist, ergab die Titration einen Isopurongehalt von 99.7%.

Quantitative Bestimmung des Isopurons.

Die im Vorhergehenden erwähnten Bestimmungen wurden in folgender Weise ausgeführt: 0.1 g Substanz wurden in einem Kölbchen mit Glasstopfen mit 10 ccm warmem Wasser gelöst, abgekühlt und mit 20 ccm $\frac{1}{10}$ -n-Jod-Jodkalium-Lösung versetzt. Nach dreistündigem Stehen wurde das Jod mit Thiosulfat zurücktitriert. Reines, mehrmals aus Wasser umkrystallisiertes Isopuron ergab so in zwei Versuchen 100.1 und 99.8%.

Molekulargewicht von Puron und Isopuron.

Es wurde die Siedepunktserhöhung der wäßrigen Lösung bestimmt.

Puron.

0.994 g Sbst., 20 g Wasser: 0.150° Erhöhung. — 1.020 g Sbst., 20 g Wasser: 0.150° Erhöhung.

$C_5H_8O_2N_4$. Ber. M 156. Gef. M 172, 176.

Isopuron.

0.990 g Sbst., 20 g Wasser: 0.150° Erhöhung. — 0.690 g Sbst., 20 g Wasser: 0.130° Erhöhung. — 1.000 g Sbst., 20 g Wasser: 0.125° Erhöhung.

$C_5H_8O_2N_4$. Ber. M 156. Gef. 172, 138, 189.

Oxydation des Isopurons mit Brom.

Isotetrahydroharnsäure.

2 g Isopuron wurden in 20 ccm eiskaltem Wasser suspendiert und mit 2 g Brom in kleinen Portionen versetzt, welches sofort aufgenommen wurde. Beim Versuch, die stark saure Flüssigkeit im Vakuum abzudestillieren, tritt Schwärzung und Zersetzung ein. Es wurde daher mit ca. 3.2 g Silberoxyd die gebildete Bromwasserstoffsäure entfernt bis auf einen minimalen Rest, welcher verhindert, daß die Lösung Silber aufnimmt. Wird nun im Vakuum abdestilliert, so bleibt eine blasige, weiße, durchscheinende Masse, welche beim Übergießen mit wenig Wasser sofort zerfließt. Aus dieser Lösung scheiden sich aber beim Stehen farblose Krystalle ab. Sie wurden mehrmals

aus heißem Wasser umkrystallisiert. Die lufttrockene Substanz verliert bei 100° kein Wasser¹⁾.

0.1724 g Sbst.: 0.2228 g CO₂, 0.0776 g H₂O. — 0.2392 g Sbst.: 0.3104 g CO₂, 0.1123 g H₂O. — 0.1574 g Sbst.: 0.2004 g CO₂, 0.0738 g H₂O. — 0.1034 g Sbst.: 29.2 ccm N (21°, 756 mm). — 0.1501 g Sbst.: 42.4 ccm N (21°, 760 mm).

C₅H₈O₃N₄. Ber. C 34.88.

H 4.65,

N 32.55.

Gef. » 35.24, 35.39, 34.72, » 5.00, 5.21, 5.21, » 32.33, 32.48.

Die Isotetrahydroharnsäure färbt sich beim Erhitzen im Schmelzpunktsröhrchen gegen 200° bräunlich und verkohlt dann, ohne zu schmelzen. Sie löst sich in heißem Wasser schwer und krystallisiert daraus in drusenförmig vereinigten Nadelchen. In Alkohol fast unlöslich. Die wäßrige Lösung reagiert auf Lackmus neutral, doch löst sich die Substanz in verdünntem Alkali leicht auf. In verdünnten Mineralsäuren ist sie nicht sichtlich leichter löslich, als in Wasser. Wird die Isotetrahydroharnsäure mit überschüssiger Barytlösung erhitzt, so beginnt nach einigen Minuten die Abscheidung des nachstehend beschriebenen Bariumsalzes des α -Isouracils.

α -Isouracil.

Das Bariumsalz wird zweckmäßig direkt aus der durch Bromierung des Isouracils erhaltenen sauren Lösung durch heißes Barythydrat dargestellt. Doch ist das Gelingen von der Einhaltung bestimmter Bedingungen abhängig.

2 g Isopuron werden in 30 ccm warmem Wasser gelöst, auf 0° abgekühlt und zu dem entstandenen Krystallbrei reines Brom bis zur schwachen Gelbfärbung zugegeben. Diese Flüssigkeit läßt man in eine kochende Lösung von 12 g krystallisiertem Barythydrat in 200 ccm Wasser unter Umschütteln einfließen, wobei alsbald die Abscheidung des Bariumsalzes beginnt. Zur Vervollständigung derselben wird noch 5—10 Minuten im kochenden Wasserbad erhitzt. Das Bariumsalz bildet einen schwach gelblich gefärbten, aus Nadelchen bestehenden, ziemlich voluminösen Niederschlag. Es wird noch heiß abgesaugt und mit heißem Wasser, dann mit Alkohol und Äther gewaschen. Ausbeute 2.1 g oder 58 % der theoretisch möglichen Menge.

Diese oder eine ganz ähnliche Ausbeute ist in einer großen Zahl ähnlich angestellter Versuche erhalten worden. Dagegen wird sie wesentlich schlechter und das Produkt unreiner, wenn die bromierte Lösung nicht sofort mit einem Überschuß heißen Baryts zusammen trifft. Andere, anscheinend gleichgültige Abweichungen stellen den

¹⁾ Die Substanz ist gleich dem α -Isouracil sehr schwer verbrennlich und liefert insbesondere bei der Stickstoffbestimmung nur dann richtige Zahlen, wenn man sie mit viel feinem Kupferoxyd mischt und eine besonders lange Schicht Kupferoxyd vorlegt.

Erfolg ganz in Frage, so wird mit Baryt anstatt der Fällung eine tief dunkle Lösung erhalten, wenn man die Bromierung bei Gegenwart von Natriumacetat oder mit einer Brom-Bromkalium-Lösung ausgeführt hat.

Das rohe Bariumsalz wurde direkt analysiert.

0.2523 g Sbst.: 20.9 ccm N (20°, 751 mm). — 0.2100 g Sbst.: 0.1730 g BaSO₄. — 0.2932 g Sbst.: 0.2412 g BaSO₄. — 0.4167 g Sbst.: 0.3440 g BaSO₄.

C₄H₆O₄N₂Ba. Ber. N 9.88, Ba 48.48.

Gef. » 9.46, » 48.50, 48.44, 48.59.

Aus dem Bariumsalz setzen Mineralsäuren das Isouracil in Freiheit, doch sind auch hier bestimmte Bedingungen einzuhalten, wenn ein reines Produkt gewonnen werden soll.

2.1 g Bariumsalz werden mit dem Glasstab an der Wandung eines stark gekühlten großen Reagenzglases verrieben, dann 20 ccm auf —10° gekühlte 2-n. Salzsäure zugegeben und durch Verteilen mit dem Stab eine möglichst rasche Lösung des Salzes bewirkt. Sobald diese erreicht ist, wird eine eiskalte Lösung von 6 g krystallisiertem Natriumacetat in 20 ccm Wasser zugesetzt, nach 2 Minuten der voluminöse krystallinische Niederschlag abgesaugt, sorgfältig mit Eiswasser, dann mit Alkohol und Äther gewaschen. Ausbeute 0.7—0.75 g. Zur Reinigung wurde das α-Isouracil nochmals in eiskalter 2 n-Salzsäure gelöst und mit Natriumacetat gefällt.

0.1700 g Sbst.: 0.2651 g CO₂, 0.0601 g H₂O. — 0.1240 g Sbst.: 0.1936 g CO₂, 0.0449 g H₂O. — 0.1293 g Sbst.: 27.85 ccm N (19°, 750 mm). — 0.1180 g Sbst.: 25.1 ccm N (21°, 755 mm).

C₄H₄O₂N₂. Ber. C 42.86, H 3.57, N 25.00.

Gef. » 42.53, 42.51, » 3.95, 4.00, » 24.40, 24.35.

Das α-Isouracil bildet, in der beschriebenen Weise frisch aus dem Baryumsalz gefällt, eine deutlich gelb gefärbte, fettglänzende, aus Nadelchen bestehende Masse, verliert aber die gelbe Farbe beim Stehen sehr rasch, so daß es schon nach einer halben Stunde fast farblos geworden ist. Bei längerem Aufbewahren tritt oberflächliche Zersetzung unter Graugrünfärbung ein. Beim Erhitzen gegen 350° verkohlt die Substanz, ohne zu schmelzen. In heißem Wasser ist das α-Isouracil ziemlich leicht löslich, die heiße Lösung ist aber wenig beständig, und eine aus heißem Wasser umkrystallisierte Substanz ist zumeist ebenso wie eine längere Zeit aufbewahrte in verdünnter Salzsäure nicht mehr löslich. Bei irgend längerem Erwärmen der wäßrigen Lösung, besonders rasch bei Gegenwart von etwas Säure tritt völlige Zerstörung unter Bildung amorpher, graugrüner, schwerlöslicher Substanzen ein. Die wäßrige Lösung reagiert auf Lackmus sauer. In verdünnten Alkalien löst sich das α-Isouracil, ebenso wie in verdünnten Mineralsäuren, viel leichter als in Wasser. Die alkalische Lösung scheint beständiger zu sein als die wäßrige.

In Alkohol und Äther ist die Substanz fast unlöslich. Doch nimmt Alkohol in Berührung mit ihr eine blaue Fluoreszenz an.

Wenn man etwas α -Isouracil in wenig warmem Wasser löst, kühlt und einige Tropfen Eisenchlorid zusetzt, so entsteht eine braun-violette Färbung, welche aber in wenigen Minuten verschwindet. Durch Erwärmen mit Hydroxylaminchlorhydrat-Lösung wird das α -Isouracil rasch verändert, es entsteht eine farblose, anscheinend amorphe Substanz, deren Stickstoffgehalt sich jedoch als etwas geringer erwies als der des Isouracils, so daß sicher nicht das Oxim vorlag. Ebenso wenig reagierte das Uracil in essigsaurer Lösung mit Phenylhydrazin unter Bildung eines Hydrazons. Bei längerem Erwärmen des Isouracils mit einer alkoholischen Lösung überschüssigen Phenylhydrazins tritt Lösung ein, und beim Verdünnen mit Wasser fällt ein osazonartiges, amorphes Produkt aus, dessen Zusammensetzung noch nicht ermittelt ist.

Baryumsalz des α -Isouracils. — Das Salz fällt sofort in den charakteristischen, schwach gelb gefärbten Nadelchen, wenn die alkalische oder warme, wäßrige Lösung des α -Isouracils mit Barythydratlösung versetzt wird. Es ist in heißem Wasser nur sehr schwer löslich. Die Lösung reagiert alkalisch. In Alkohol ist das Salz ganz unlöslich. Im Gegensatz zum Isouracil selbst behält das Salz beim Aufbewahren seine gelbe Färbung und scheint überhaupt durchaus beständig zu sein. Es verkohlt erst bei hoher Temperatur ohne zu schmelzen, wobei Ammoniak neben Wasser entweicht.

α -Isouracil und Brom. — α -Isouracil läßt sich mit Bromwasser scharf titrieren und nimmt dabei 2 Atome Brom pro Molekül auf. Die Lösung enthält dann reichliche Mengen Bromwasserstoff. Beim Verdunsten derselben im Vakuum bleibt ein stark rauchender, farbloser Syrup, der beim Anreiben mit Alkohol zu einer amorphen Masse erstarrt. Es ist uns bis jetzt nicht gelungen, ein krystallinisches Produkt auszuscheiden.

Wird die bromierte Lösung von 0.5 g α -Isouracil mit einer Lösung von 1.3 g salzsaurem Phenylhydrazin (2 Moleküle) und 3 g krystallisiertem Natriumacetat versetzt, so färbt sich die Lösung intensiv gelb, und nach einigen Sekunden beginnt die Abscheidung eines intensiv gelben, flockigen Niederschlags. Nach mehreren Stunden betrug seine Menge 1.15 g. Das Filtrat enthielt kein Phenylhydrazin mehr und lieferte mit weiterem, essigsauerm Phenylhydrazin nur mehr ganz wenig Niederschlag. Der letztere, aus 1 Mol. Isouracil und 2 Mol. Phenylhydrazin gebildet, ist nach seinen gesamten Eigenschaften zweifellos ein Osazon. Der Körper ist in heißem Wasser kaum löslich, leicht dagegen in Alkohol und Eisessig zu goldgelben Flüssigkeiten. Die Eisessig-Lösung läßt bei Wasserzusatz das Osazon in amorphen Flocken ausfallen. Die Analysen des Produkts haben bisher keine übereinstimmenden Resultate ergeben, so daß wir zunächst von ihrer Wiedergabe absehen. Die

Bildung eines Osazons bei dem geschilderten Verfahren läßt sich mit der oben für α -Isouracil gegebenen Formel leicht verstehen.

β -Isouracil.

Die Verbindung findet sich neben Brombaryum, überschüssigem Baryt und Harnstoff in der Mutterlauge des Baryumsalzes des α -Isouracils. Letztere wird noch heiß mit Kohlensäure gesättigt, vom Bariumcarbonat filtriert und im Vakuum auf ein kleines Volumen abdestilliert. Dabei scheidet sich das β -Isouracil gemeinsam mit Bariumbromid aus, von dem es jedoch durch Umkrystallisieren aus heißem Wasser (unter Zusatz von Tierkohle) leicht getrennt werden kann.

0.1361 g Sbst.: 0.2149 g CO₂, 0.0507 g H₂O. — 0.1208 g Sbst.: 26.7 ccm N (21.5°, 748 mm).

C₄H₄O₂N₂. Ber. C 42.86, H 3.57, N 25.00.
Gef. » 43.04, » 4.13, » 24.71.

Das β -Isouracil ist in warmem Wasser schwer löslich und krystallisiert beim Erkalten sofort aus, und zwar bei langsamem Erkalten in äußerst feinen, haarförmig gebogenen Nadelchen. Die wäßrige Lösung reagiert im Gegensatz zum α -Isouracil neutral. Von verdünntem Alkali wird die Substanz leicht aufgenommen und daraus durch Essigsäure sofort wieder gefällt. In verdünnter Salzsäure scheint sie nicht leichter löslich zu sein als in Wasser. Wird die heiße, wäßrige Lösung der Substanz mit essigsaurem Phenylhydrazin versetzt, so fällt sofort ein krystallinischer Niederschlag aus, welcher die Bülow'sche Phenylhydrazonreaktion liefert, dessen nähere Untersuchung aber noch aussteht.

Isolierung des Harnstoffs. — Die Mutterlauge des β -Isouracils enthält Harnstoff neben Brombarium. Wir haben das letztere durch Anreiben mit Silbersulfat entfernt und die rötlich gewordene Flüssigkeit im Vakuum zur Trockne abdestilliert. Der bräunliche Rückstand wurde in konzentrierter, warmer, wäßriger Lösung mit Tierkohle behandelt und dann kalt mit ausgekochter, konzentrierter Salpetersäure versetzt. Aus 4 g Isopuron wurden so 0.65 g Harnstoffnitrat erhalten.

0.1190 g Sbst.: 36.5 ccm N (22°, 745 mm).

CH₅O₄N₃. Ber. N 34.14. Gef. N 34.04.