

Braunkohlentheer von H. O. Schmidt in Zeitz
gab nach dem Ueberleiten über Holzkohle in Prozenten der angewandten
Substanz

	Gesamt- Ausbeute	Frakt. 80—120°	Frakt. 120—310°	Anthra- cenöle	abgepresst. Rohanthrac.	Pech
und zwar Frakt.:						
190—280°	48 pCt.	4 pCt.	20 pCt.	12 pCt.	0.8 pCt.	12 pCt.
280—320	47 -	4.5 -	18 -	12 -	0.9 -	10 -
über 320	37 -	3 -	12 -	16 -	1 -	8 -
Summa	44 pCt.	4 pCt.	17 pCt.	13 pCt.	0.9 pCt.	10 pCt.

Braunkohlentheer von Rossner, Schneider & Co. in Weissenfels
Gesammtmenge: 45 pCt. | 4.6 pCt. | 18 pCt. | 12 pCt. | 0.7 pCt. | 9 pCt.

Unter 80° Siedendes wurde nicht erhalten. Die wohl nicht un- beträchtliche Anthracenmenge, welche in den mit dem Anthracen gleichzeitig übergelenden, als Anthracenöle bezeichneten, flüssigen Kohlenwasserstoffen gelöst blieb, wurde nicht bestimmt. Das abge- presste Rohanthracen war verhältnissmässig rein und erwies sich in der Anthrachinonprobe als 30—40procentig.

Zur Verwerthung unserer Resultate in wissenschaftlicher Hinsicht, namentlich zur Entscheidung der Frage, ob die wasserstoffreichen Kohlenwasserstoffe so viel leichter als man gewöhnlich annimmt in Benzolcomplexe übergehen, wird es nöthig werden, die höher sie- denden Theile des Paraffinöls einer genaueren Untersuchung zu un- terziehen.

In technischer Hinsicht deuten unsere Erfahrungen darauf hin, dass man, vielleicht namentlich durch eine geschickte Combination der Gas- mit der Theerbereitung, wohl dahin gelangen könnte, das massenhaft vorhandene und ziemlich werthlose „Gasöl“ der Paraffinfabriken für die Bereitung von Benzol, Toluol und Anthracen nutzbar zu machen. Weit entfernt jedoch, unsre Versuche in dieser Hinsicht für erschöpfend zu halten, theilen wir sie hier gerade deshalb mit, um Versuche im Grossen anzubahnen, die allein ein Urtheil über die technische Aus- führbarkeit der Methode gestatten werden.

178. C. O. Cech: Vorläufige Mittheilung über die Einwirkung von Trichlormilchsäure auf Harnstoff.

Das von mir dargestellte Chloralcyanidcyanat¹⁾, $C_4H_3Cl_3N_2O_2$ dessen Spaltungsproducte auf eine Anlagerung von Chloral, Blausäure und Cyansäure schliessen lassen, könnte auch als ein Harnstoff an-

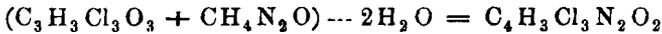
¹⁾ C. O. Cech, Sitzungsberichte d. Wien, Akad. LXXIII.

gesprochen werden, in dem ein Atom Wasserstoff durch den Trichlormilchsäurerest (Trichlorlactyl) ersetzt ist.

In diesem Falle läge eine Analogie vor mit dem von F. Urech¹⁾ durch Einwirkung von Kaliumcyanid, Kaliumcyanat, Salzsäure und Aldehydammoniak erhaltenen Körper (ein dem Acetoxyharnstoff entsprechender Lactylharnstoff) von der Formel:



Um zu einem dreifach gechlorten Lactylharnstoff zu gelangen, sollte es genügen Trichlormilchsäure und Harnstoff auf einander einwirken zu lassen, welche Substanzen unter Abspaltung von 2 Molekülen Wasser nach folgender Gleichung auf einander reagiren könnten:



Die Reaction verläuft indessen in ganz anderer Weise. — Bringt man die beiden Substanzen in wässriger Lösung zusammen, so nimmt man keinerlei Reaction wahr. — Schmilzt man hingegen den Harnstoff und setzt krystallisirte Trichlormilchsäure hinzu, so tritt nach einiger Zeit eine heftige mit Gasentwicklung begleitete Reaction ein. Unter starkem Aufschäumen der Masse entwickelt sich Kohlensäure und Salzsäure, und wenn das Reactionsgefäß nicht vorsichtig gekühlt wird, so bräunt sich das Gemisch und zersetzt sich unter Bildung von Salmiak, theilweiser Verkohlung und eines weissen Körpers, der aus heissem Wasser in kleinen Warzen krystallisirt. Bei vorsichtigem Einleiten der Reaction erhält man jedoch eine weisse blasige Masse von erdigem Aussehen, welche mit Alkohol und Wasser ausgewaschen, sich weder in Aether noch in Alkohol, wohl aber in heissem Wasser löst, aus welchem sie oft in zolllangen oder atlasglänzenden Blättchen krystallisirt. Um die Bildung von Biuret oder eine Zersetzung des neuen Körpers zu vermeiden, verfährt man am besten in folgender Weise: In einem kleinen Kölbchen werden ca. 10 Gr. trockenen Harnstoffs vorsichtig geschmolzen, und indem man zu der Schmelze in kleinen Portionen Trichlormilchsäure hinzufügt, wartet man unter stetem Kühlen des Kölbchens das mit Gasentwicklung verbundene Eintreten der Reaction ab. Sobald sich eine mit dem Glasstabe herausgenommene Probe der Schmelze als unlöslich in kaltem Wasser erweist, ist die Reaction beendet. Werden diese Reactionsbedingungen nicht genau beobachtet, so erhält man bei frühzeitiger Unterbrechung der Reaction eine gelatinöse Masse, bei unvorsichtigem Kühlen hingegen tritt die Bildung des in Warzen krystallisirenden Körpers und Verkohlung der Masse ein. Um nach Beendigung der Reaction überschüssigen Harnstoff, Trichlormilchsäure und die aus der Reaction

¹⁾ Diese Berichte VI, 1113.

resultirende Salzsäure zu entfernen, wird die Schmelze mit Alkohol und kaltem Wasser gewaschen und das übrigbleibende weisse Pulver aus heissem Wasser mehrmals umkrystallisirt. Die in dieser Weise erhaltenen Nadeln enthalten Chlor und Stickstoff und besitzen keinen gut fixirten Schmelzpunkt, denn bei 203⁰ verkohlt die Substanz unter heftigem Aufschäumen. Die Analysen entsprechen einem Körper von der Zusammensetzung $C_4H_8Cl_2N_4O_2$, der aus der gegenseitigen Einwirkung von zwei Molekülen Harnstoff auf ein Molekül Trichlormilchsäure entstanden zu sein scheint. Aus Mangel an Material war es bis jetzt unmöglich, die Constitution dieser neuen Verbindung festzustellen. Durch Berufspflichten augenblicklich in der weiteren Bearbeitung dieses Themas gehindert, behalte ich mir weitere Mittheilungen über dasselbe vor.

Moskau, 14./26. März 1878.

179. Ernst Schmidt: Ueber die Bildung tertiärer Aminbasen bei der Synthese organischer Säuren.

(Eingegangen am 11. April.)

Bei der synthetischen Darstellung einer grösseren Menge von Isobutylameisensäure, welche zu einer Reihe von Versuchen, die ich in Gemeinschaft mit Hrn. Rudolf Sachtleben anstellte, Verwendung fand, waren wir bei dem Eindampfen des hierzu benutzten Alkohols mit Salzsäure in den Besitz einer beträchtlichen Menge eines Salzes gelangt, welches zu unserer Ueberraschung aus nahezu reinem Triisobutylamin bestand. Nachdem bei der Gewinnung der Isobutylameisensäure es sich ohne besonderen Vortheil herausgestellt hatte, das durch Einwirkung von Cyankalium auf Isobutyljodid erhaltene rohe Isobutylcyanid zuvor von dem beigemengten Isonitril und von kleinen Mengen unveränderten Jodids zu befreien, hatten wir die gewonnene alkoholische Lösung des Rohcyanids direct mit alkoholischem Kali längere Zeit gekocht, hierauf den Alkohol von dem zurückbleibenden isobutylameisensauren Kali abdestillirt und ersteren, da er immer noch einen mehr oder minder starken Geruch nach Nitril oder Isonitril besass, stets wieder bei neuen Bereitungen des Isobutylcyanids an Stelle von gewöhnlichem Alkohol als Zusatz zum neuen Isobutyljodid und Cyankalium verwendet. Es musste so in dem betreffenden Alkohol, der bei der Darstellung einer grösseren Menge von Isobutylameisensäure immer wieder Verwendung fand, sich eine beträchtliche Quantität von Isobutylamin ansammeln, welches nach dem Ansäuern mit Salzsäure und Verdunsten des Alkohols schliesslich als salzsaures Salz resultirte.