

Auf keine andere Weise, als wenn diese Procedur des Pulverisirens nach der Behandlung mit siedendem Wasser oft wiederholt wurde, war es möglich, den entstehenden amorphen Körper im Zustande der Reinheit zu erhalten.

Seine Analysen erwiesen ihn als Diphenylaminacrolein, $(C_{12}H_{10}N)_2 \cdot C_3H_4$, dadurch entstanden, dass sich zwei Moleküle Diphenylamin mit einem Molekül Acrolein unter Austritt eines Wassermoleküls vereinigt hatten:

	Gefunden	Berechnet
C	86.26	86.18 pCt.
H	6.29	6.36 »
N	7.28	7.45 »

Es schmilzt nicht, noch sublimirt es, zersetzt sich aber beim Erhitzen, indem eine kohlige, äusserst schwer verbrennliche Masse zurückbleibt. Unlöslich in Aether, schwach in Alkohol und etwas mehr in Essigsäure löslich, löst es sich in Chloroform zu einer dunkelrothen Flüssigkeit. Aus keinem Lösungsmittel konnte es krystallisirt erhalten werden.

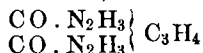
Fügt man zwei Atome Brom zu einem Molekül Diphenylaminacrolein, in Eisessig gelöst, so bildet sich ein dunkelrother Niederschlag, wahrscheinlich das Additionsprodukt $(C_{12}H_{10}N)_2 \cdot C_3H_4Br_2$. Da es indessen gleichfalls nicht in krystallisirten Zustande übergeführt werden konnte, vor Allem nicht aus Chloroform, worin es sich leicht löst, sind einstweilen seine Analysen unterblieben.

Wurde die Lösung von Diphenylaminacrolein in Essigsäure mit Salpetersäure behandelt, so bildete sich ein Niederschlag mit einer oben aufschwimmenden gelben Flüssigkeit. Weder die letztere, noch der Niederschlag führten zu einem krystallisirten Nitroderivat und wurde deshalb ihr Studium nicht weiter fortgesetzt.

236. A. R. Leeds: Acroleinharnstoff.

(Eingegangen am 6. Mai; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

In den Annalen der Chemie und Pharmacie 1869 hat Hr. H. Schiff unter dem Namen Acryldiureid ein Condensationsprodukt beschrieben, welches durch Vereinigung zweier Moleküle Harnstoff mit einem Molekül Acrolein entstanden sein soll, oder



Ohne zuvor von der Arbeit des Hrn. Schiff Kenntniss gehabt zu haben, erhielt ich hierbei ein Produkt, welches unzweifelhaft dieselbe

Substanz vorstellte, welche er unter Händen hatte, welche indessen eine ganz andere Zusammensetzung als die dort gegebene besitzt. Die Erklärung dieser abweichenden Resultate ist in der Thatsache zu suchen, dass Hr. Schiff jedenfalls mit einer unreinen Substanz gearbeitet hat.

Er bereitete sie durch Vermischen einer concentrirten wässrigen Lösung von Harnstoff mit Acrolein, und nachdem sich sein Acrylureid in Form von schmalen, weissen Nadeln (?) niedergeschlagen hatte, wusch er ihn nur mit Wasser und Aether und trocknete ihn im Vacuum. Er constatirte ferner, dass gepulverter Harnstoff sich auch direkt mit Acrolein vereinigt. Die Mischung schwillt auf und verwandelt sich in eine weisse, zerbröckliche Masse, welche bisweilen ein völlig krystallinisches (?) Aeussere annimmt. Bei weitem die grösste Menge ist aber innig vereinigt mit einem weissen porzellanartigen Produkt, durch Zersetzung des Acroleins entstanden. Die Analyse dieses Körpers gab, wie nicht anders zu erwarten war, keine genügenden Resultate.

Bei den Analysen von Produkten anderer Bereitung, welche theils bei gewöhnlicher, theils bei höherer Temperatur vorgenommen war, erhielt Hr. Schiff sehr verschiedene Zahlen, unter welchen der Kohlenstoffgehalt zwischen 44 und 47 pCt., der Wasserstoffgehalt zwischen 6.9 und 7.1 pCt. schwankte. Nichtsdestoweniger schloss er, dass die Substanz Acryldiureid sei, welches 38 pCt. Kohlenstoff und 6.3 pCt. Wasserstoff enthält.

Bei meinen ersten Experimenten fügte ich zu 5 g in Alkohol gelösten Harnstoffs weniger Acrolein als hinreichend war, um der Mischung einen bleibenden Geruch des letzteren nach dem Agitiren und Stehenlassen zu ertheilen. Es bildete sich sofort ein reichlicher, weisser, amorpher Niederschlag, welcher, wiederholt mit siedendem Alkohol behandelt, endlich eine weisse Substanz ergab, die, fern davon eine krystallinische Struktur zu besitzen, nur mässig in Alkohol, Aether, Chloroform und Schwefelkohlenstoff löslich war. Ihre Analysen erwiesen sie als Acroleinharnstoff, $\text{CO} \cdot (\text{NH})_2 \cdot \text{C}_3\text{H}_4$.

	Gefunden	Berechnet
C	40.01	48.98 pCt.
H	6.3	6.12 »

Die Produkte ihrer Zersetzung durch Salpetersäure, welche sie leicht angreift, sind nicht untersucht worden. In alkoholischer Lösung gab sie keinen Niederschlag mit Brom, auch waren keine krystallisirten Produkte durch Weinsäure oder Essigsäure zu erhalten. Sie schmilzt nicht, noch sublimirt sie, zersetzt sich indessen beim Erhitzen auf hohe Temperatur.

Unter der Voraussetzung, der in Alkohol leichter lösliche Antheil, ein weisser, amorpher Körper mit dem Schmelzpunkt von 185° , enthalte eine andere Verbindung, liess ich, um eine zur Analyse hin-

reichende Menge davon zu erhalten, 40 g Harnstoff in alkoholischer Lösung auf Acrolein im Ueberschuss einwirken. Es entstand hierbei kein Niederschlag bis auf Zusatz von Wasser, wenn ein grosser Ueberschuss angewendet wird. Reinigt man das erhaltene Produkt durch wiederholtes Kochen mit Alkohol, so ist die Ausbeute an Acroleinharnstoff keine grössere als im ersten Falle.

Fast die ganze Menge desselben war durch ein öliges Nebenprodukt in Lösung gehalten, welches in reinem Zustande nicht isolirt werden konnte. Die Gegenwart von Spuren dieses Oels hatte es also veranlasst, dass ich die Bildung eines zweiten festen Körpers mit dem Schmelzpunkt von 185° als verschieden von Acroleinharnstoff bei meinen ersten Untersuchungen angenommen hatte und lag es demnach an der Reinigungsmethode, welche Hr. Schiff für denselben anwandte, dass er zu irrigen Schlussfolgerungen gelangte.

Hoboken, U. S. Stevens Technologisches Institut.

237. Victor Meyer und Heinrich Goldschmidt: Zur Bestimmung des specifischen Gewichts permanenter Gase bei hoher Temperatur.

(Eingegangen am 10. Mai.)

Das von uns beschriebene Verfahren¹⁾ zur Bestimmung der Dichte von Gasen liess sich mit den bisher benutzten, gläsernen Gefässen bequem bis zu Temperaturen, die der Rothglühhitze nahe liegen, anwenden, wie die bei der Temperatur des siedendes Wassers, Anilins, Amylbenzoats, Schwefels und Phosphorpentasulfids angestellten Versuche zeigten. Um nun das Verfahren auch bei Roth- und Gelbglühhitze anwenden zu können, haben wir Porzellangefässe mit capillaren Ansatzröhren herstellen lassen, welche sich für den Zweck trefflich bewährt haben. Die Schwierigkeiten, welche die Bereitung solcher Gefässe bietet, wurden auch diesmal von der Manufaktur Gosse in Bayeux überwunden, und wir sind jetzt im Besitze von glasirten Porzellangefässen, deren capillare Theile, bei einer lichten Weite von weniger als 1 mm, eine Wandstärke von 4 mm haben, so dass dieselben nicht einmal leicht zerbrechlich sind. Der Inhalt der Gefässe beträgt ca. 100 ccm., die Wandstärke des nicht capillaren Theils ca. 2 mm.

¹⁾ Diese Berichte XV, 137.