

thümlich zu sein oder von Verunreinigungen herzurühren, die auf die Analyse keinen merklichen Einfluss haben.

0.1841 g Sbst.: 0.4683 g CO₂, 0.0709 g H₂O.

C₁₄H₁₀O₄. Ber. C 69.42, H 4.13.

Gef. » 69.37, » 4.22.

Die Säure löst sich leicht in Alkohol und Aether, sehr schwer in Wasser und ist unlöslich in Benzol und Chloroform. In alkalischer Lösung wird sie durch Kaliumpermanganat bereits in der Kälte zu Benzoësäure (Mischprobe!) oxydirt.

Die Spaltung in Benzoësäure und *p*-Oxybenzoësäure wurde durch Schmelzen mit Aetznatron ausgeführt. Die Schmelze wurde in Wasser gelöst, nach dem Ansäuern mit Wasserdampf behandelt und die im Destillat enthaltene Benzoësäure durch eine Mischprobe identificirt. Die nicht flüchtige *p*-Oxybenzoësäure, in Aether aufgenommen und nach dem Verdampfen desselben aus Wasser umkrystallisirt, wurde gleichfalls durch Schmelzpunkt und Mischprobe erkannt und überdies noch durch Erwärmen mit Dimethylsulfat in alkalischer Lösung in Anissäure übergeführt.

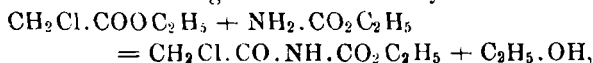
55. Otto Diels und Hans Heintzel: Ueber die Condensation einiger Ester mit Urethan und Glykocollester.

[Aus dem I. chem. Institut der Universität Berlin.]

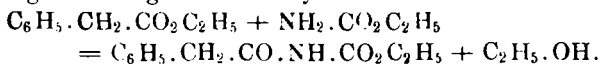
(Eingegangen am 7. Januar 1905.)

Im Urethan lässt sich ein Wasserstoffatom durch Natrium ersetzen, und die entstehende Natriumverbindung NHNa.CO₂C₂H₅ vermag mit den meisten Säurechloriden unter Austritt von Chlornatrium zu reagieren¹⁾.

Wesentlich anders verläuft die Einwirkung halogensubstituierter Fettsäureester auf Natriumurethan. So hat der Eine von uns bereits früher mitgetheilt²⁾, dass Chloressigester und Natriumurethan sich unter Alkoholaustritt leicht und glatt zum Chloracetylurethan,



condensiren, und es wurde ferner gezeigt, dass auch der Phenylessigester sich ganz analog in Phenacetylurethan:



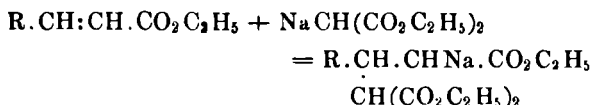
verwandeln lässt.

¹⁾ Diese Berichte **23**, 2786 [1890]; **36**, 736 [1903]; **37**, 3672 [1904].

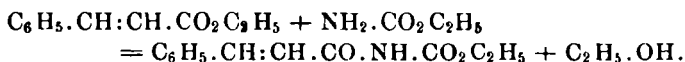
²⁾ Diese Berichte **36**, 745 [1903].

Wir haben diese Reaction inzwischen an einer Reihe halogen-substituierter Fettsäureester weiter verfolgt und hierbei gefunden, dass die Leichtigkeit der Condensation von der Länge und Art der Kohlenstoffkette des betreffenden Esters wesentlich abhängt: Mit zunehmender Molekulargrösse des Esters und bei verzweigter Kohlenstoffkette sinkt die Ausbeute an den halogenhaltigen Condensationsproducten mehr und mehr herab: Sehr glatt verläuft die Condensation beim Bromessigester, weniger gut beim α -Brompropionsäureester, noch schlechter beim α -Brombuttersäureester, und die Ausbeute an α -Bromisobutylurethan endlich ist nur sehr gering.

Bei einem weiteren Versuch liessen wir uns durch die Uebersetzung leiten, dass Urethan eine gewisse Analogie mit dem Malonsäureester zeigt. Es war daher möglich, dass es sich mit ungesättigten Estern in der Weise vereinigen liesse, wie dies A. Michael¹⁾ für den Malonester an einer Reihe von Beispielen durchgeföhrt hat, wo folgender typische Condensationsvorgang stattfindet:

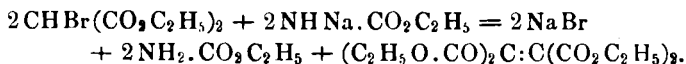


Allein das Experiment belehrte uns darüber, dass auch mit ungesättigten Estern die Condensation im oben erwähnten Sinne verläuft, denn die Reaction zwischen Zimmtsäureester und Urethan:



föhrt zum Cinnamoylurethan, dessen ungesättigte Natur durch die Darstellung eines Dibromides ausser Frage gestellt wurde. —

Ein ganz anderes Resultat hatte der Versuch, den Brommalonsäureester mit Natriumurethan zu combiniren. Hier wirkt die letztere Verbindung nur als bromwasserstoffabspaltendes Mittel, und es entsteht der von Conrad und Guthzeit²⁾ entdeckte Aethentetracarbonsäureester:

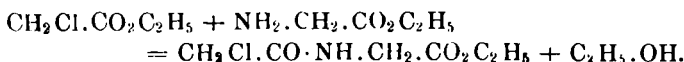
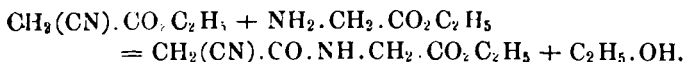


Eine eingehende Bearbeitung der besprochenen Reactionen liess uns erkennen, dass sie keineswegs nur auf Verbindungen vom Typus des Urethans beschränkt sind; denn es gelang uns, auch den Glycin-

¹⁾ Americ. chem. Journ. 9, 115 [1887].

²⁾ Ann. d. Chem. 214, 76 [1882].

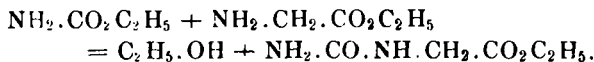
ester mit Cyanessigester, sowie Chloressigester unter Alkoholaustritt zu vereinigen:



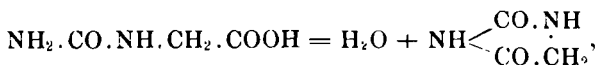
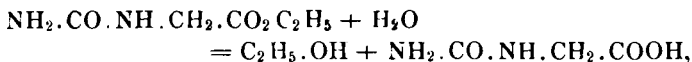
Der Chloracetylglycinester verdient ein gewisses Interesse, da er als Zwischenproduct für die von E. Fischer aufgefundenene Polypeptidsynthese benutzt werden kann, und es ist nicht ausgeschlossen, dass diese Darstellungsmethode solcher Verbindungen in manchen Fällen Verwendung finden kann.

Interessant erscheint uns schliesslich die Beobachtung, dass der Glycinester nicht nur mit negativ substituirtten Fettsäureestern, sondern mit Urethan selbst zusammenzutreten vermag.

Die Reaction spielt sich offenbar in derselben Weise ab, wie bei den anderen Estern, und es dürfte zunächst Hydantoinsäureester gebildet werden:



Wir haben indessen dieses Product nicht isolirt, sondern in Hydantoinsäure und Hydantoïn verwandelt:



und diese beiden Verbindungen als solche charakterisirt.

Wir sind mit dem weiteren Ausbau der hier kurz skizzirten Reactionen beschäftigt und hoffen, über unsere Resultate alsbald weitere Mittheilungen machen zu können.

Bromacetyl-urethan, $\text{CH}_2 \text{Br} \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{CO}_2 \text{C}_2 \text{H}_5$.

10 g Urethan werden in 120 ccm absolutem Aether gelöst und durch mehrstündiges Erwärmen mit 2.6 g Natriumdraht in Urethannatrium verwandelt. Hierzu fügt man allmählich 18.8 g bromesigsaures Aethyl hinzu und hält das Gemisch einige Stunden in gelindem Sieden. Der gelbliche Niederschlag wird dann abfiltrirt und aus dem Filtrat der Aether verdampft. Der ölige Rückstand scheidet beim Erkalten Krystalle ab, die aus Bromacetylurethan bestehen, und nach dem Absaugen, Waschen mit Petroläther und Trocknen 6 g wiegen.

Das vom Bromacetylurethan durch Absaugen befreite Oel liefert bei der Destillation im Vacuum, neben unverändertem Bromessigester, nur wenig Urethan.

Der gelbliche Rückstand vom Aetherfiltrat wird in Wasser gelöst, die wässrige Lösung mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert, ausgeäthert und der Aether verdampft. Es hinterbleiben nur 2.5 g Urethan.

Zur Reinigung wird das Bromacetylurethan zwei Mal aus verdünntem Alkohol umgelöst, aus welchem es in langen, dünnen Nadeln krystallisirt, und zur Analyse im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet.

0.1860 g Sbst.: 0.1968 g CO₂, 0.0669 g H₂O. — 0.2519 g Sbst.: 14.8 ccm N (25°, 763 mm). — 0.1158 g Sbst.: 0.1041 g AgBr.

C₅H₉O₃NBr. Ber. C 28.57, H 3.81, N 6.66, Br 38.07.

Gef. » 28.85, » 3.99, » 6.50, » 38.25.

Die Verbindung schmilzt bei 120–121°.

Sie ist in kaltem Wasser schwer, in heissem leicht löslich. Von Alkohol wird sie sehr leicht, von Essigester, Benzol und Chloroform leicht, weniger von Aether und fast garnicht von Petroläther aufgenommen.

In verdünnten Alkalien ist die Substanz leicht löslich.

α -Brompropionyl-urethan, CH₃.CH Br.CO.NH.CO₂C₂H₅.

10 g Urethan werden in 120 ccm absolutem Aether gelöst und mit 2.6 g Natrium in bekannter Weise in Natriumurethan verwandelt. Zu der ätherischen Suspension des Letzteren fügt man vorsichtig 20 g α -brompropionsaures Aethyl hinzu, erwärmt das Gemisch 3 Stunden zum Sieden und saugt dann den gelblichen Rückstand ab. Aus dem Filtrat gewinnt man nach dem Abdestilliren des Aethers ein gelbliches Oel, welches beim Erkalten zum grossen Theil krystallinisch erstarrt. Die Krystalle, die aus Brompropionylurethan bestehen, werden vom Oel durch Absaugen getrennt und das Letztere im Vacuum destillirt. Man erhält daraus bei 80–90° und 11 mm Druck wenig Urethan, während der Rest keinen bestimmten Siedepunkt zeigt und sich bei 150° braun färbt. Der gelbliche Rückstand vom Aetherfiltrat wird in der beim Bromacetylurethan angegebenen Weise behandelt, wobei sich 3 g Urethan zurückgewinnen lassen.

Das α -Brompropionylurethan, dessen Menge etwa 5 g beträgt, wird zur Reinigung aus verdünntem Alkohol oder Essigester umkrystallisirt, aus welchem es sich in kurzen, dicken Prismen oder stumpfen Pyramiden abscheidet.

0.1273 g Sbst.: 0.1511 g CO₂, 0.0548 g H₂O. — 0.1591 g Sbst.: 8.5 ccm N (24°, 753 mm). — 0.1375 g Sbst.: 0.1163 g AgBr.

C₆H₁₀O₃NBr. Ber. C 32.13, H 4.49, N 6.25, Br 35.69.

Gef. » 32.37, » 4.78, » 5.94, » 35.96.

Die Substanz sintert von 97° und schmilzt bei 100–101°. Sie ist in heissem Wasser leicht, in kaltem schwer löslich. Von Aether, Aceton, Benzol, Chloroform, Essigester und besonders von Alkohol wird sie leicht aufgenommen, kaum von Petroläther.

In verdünnten Laugen und Ammoniak ist sie ebenfalls leicht löslich.

α -Brombutyryl-urethan, $\text{CH}_3\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CHBr}\cdot\text{CO}\cdot\text{NH}\cdot\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$.

Zu einer ätherischen Suspension von Natriumurethan aus 10 g Urethan, 120 ccm absolutem Aether und 2.6 g Natriumdraht fügt man allmählich 22 g α -Brombuttersäureester hinzu und unterstützt die Reaction durch dreistündiges, gelindes Erwärmen. Zur Isolirung der neuen Verbindung wird das Reactionsgemisch filtrirt, und aus dem Filtrat der Aether abgedampft. Man erhält so ein Oel, welches nach kurzer Zeit fast völlig zu Krystallen erstarrt. Dieselben werden aus verdünntem Alkohol umkrystallisirt, wobei man kurze, dicke Prismen und Pyramiden erhält, und zur Analyse im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet.

0.1193 g Sbst.: 0.1542 g CO_2 , 0.0576 g H_2O . -- 0.2186 g Sbst.: 11 ccm N (8.5°, 765 mm). -- 0.1310 g Sbst.: 0.1033 g AgBr.

$\text{C}_7\text{H}_{12}\text{O}_3\text{NBr}$. Ber. C 35.29, H 5.04, N 5.88, Br 33.61.

Gef. » 35.57, » 5.31, » 5.85, » 33.55.

Beim Erhitzen im Capillarrohr sintert die Verbindung von 79° ab und schmilzt bei 80–81°. Sie ist in Wasser auch in der Wärme schwer löslich, leicht dagegen in Aether, Chloroform, Aceton, Essigester, Benzol und wird aus allen diesen Lösungsmitteln durch Petroläther gefällt.

Bromisobutyryl-urethan, $(\text{CH}_3)_2\text{CBr}\cdot\text{CO}\cdot\text{NH}\cdot\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$.

12.5 g Natriumurethan lässt man in Aetherlösung mit 22 g α -Bromisobuttersäureester reagieren. Auch hier tritt bereits in der Kälte eine Umsetzung ein, die sich durch schwache Erwärmung zu erkennen giebt. Man erhält das Gemisch 3 Stunden in gelindem Sieden und filtrirt schliesslich die ätherische Lösung von dem gelblichen Rückstande ab.

Die ätherische Lösung hinterlässt beim Verdampfen ein Oel, welches auch bei längerem Stehen nicht erstarrt. Es wird daher im Vacuum bei 12 mm fractionirt, wobei zwischen 75° und 85° ein Gemenge von unverändertem Urethan und Bromisobuttersäureester übergeht. Ein geringer Rückstand (0.5 g) von gelblicher Färbung wird fest. Die Hauptmenge des Condensationsproductes ist in dem Rückstand vom Aetherfiltrat enthalten. Er wird in Wasser gelöst, mit Schwefelsäure angesäuert, das ausgeschiedene Oel in Aether aufgenommen und der Aether verdampft. Das Gewicht des krystallinischen Rückstandes beträgt 3 g.

Die vereinigten festen Producte werden durch wiederholtes Umkrystallisiren aus Essigester oder Chloroform, noch besser aus einem

Gemisch von Benzol und Petroläther gereinigt. Zur Analyse wurde der Körper im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet.

0.1516 g Sbst.: 0.1975 g CO₂, 0.0715 g H₂O. — 0.1468 g Sbst.: 7 ccm N (19°, 761 mm). — 0.1592 g Sbst.: 0.1252 g AgBr.

C₇H₁₂O₃NBr. Ber. C 35.29, H 5.04, N 5.38, Br 33.61.

Gef. » 35.53, » 5.24, » 5.49, » 33.46.

Der Schmelzpunkt des Körpers liegt bei 63—64°. Er ist sehr leicht löslich in Alkohol, leicht in Aether, Essigester, Aceton, Chloroform, Benzol, schwer in Wasser, unlöslich in Petroläther.

Cinnamoyl-urethan, C₆H₅.CH:CH.CO.NH.CO₂C₂H₅.

Beim Vermischen von 50 g Zimmtsäureester mit 31 g in Aether befindlichem Urethannatrium beobachtet man eine ganz geringe Temperatursteigerung, und die Suspension färbt sich gelblich. Nach dreistündigem Erwärmen auf 40—50° ist die Reaction beendet. Man filtrirt, und destillirt aus dem Filtrate den Aether ab. Hierbei hinterbleiben 25 g eines Oeles, welches bei der Destillation unter gewöhnlichem Druck bei 267—268° übergeht, also aus unverändertem Zimmtsäureester besteht.

Der feste Rückstand vom Aetherfiltrat wird in Wasser gelöst und unter Kühlung mit verdünnter Salzsäure angesäuert. Die abgeschiedenen, weissen Flocken werden abgesaugt, wieder in wenig Aether aufgenommen und die Aetherlösung zwei Mal mit einer concentrirten Sodälösung ausgeschüttelt. Dann hebt man die Aetherschicht ab, trocknet sie mit Natriumsulfat, verdampft das Lösungsmittel und löst den Rückstand zwei Mal aus einem Gemisch von Essigester und Petroläther um. So erhält man schöne, lange Nadeln, die bei 110—111° schmelzen.

Die Ausbeute an diesem Product ist indessen sehr gering; etwas besser ist sie bei Anwendung folgender Arbeitsmethode:

Man versetzt die ätherische Suspension des Reactionsgemisches unter Schütteln vorsichtig mit soviel Wasser, bis sich alles gelöst hat. Darauf hebt man den Aether ab — er enthält wieder nur Zimmtsäureester —, säuert die wässrige Lösung unter Kühlung mit verdünnter Salzsäure an und äthert schliesslich drei Mal aus. In den ätherischen Auszügen sind etwa 5 g der gesuchten Verbindung enthalten.

In reinem Zustande bildet das Cinnamoylurethan lange, schöne Nadeln, die zur Analyse über Schwefelsäure getrocknet wurden.

0.1260 g Sbst.: 0.3026 g CO₂, 0.0686 g H₂O. — 0.1302 g Sbst.: 7.2 ccm N (22°, 754 mm).

C₁₂H₁₃O₃N. Ber. C 65.70, H 5.90, N 6.39.

Gef. » 65.50, » 6.05, » 6.22.

Die Verbindung ist in siedendem Wasser ziemlich schwer löslich. Von Alkohol und Aether wird sie sehr leicht, etwas weniger von

Aceton, Essigester, Chloroform, fast garnicht von Petroläther aufgenommen.

Dibromhydrocinnamoylurethan,
 $C_6H_5 \cdot CHBr \cdot CHBr \cdot CO \cdot NH \cdot CO_2 C_6H_5$.

2 g Cinnamoylurethan werden in möglichst wenig Chloroform gelöst und unter guter Kühlung allmählich mit einer Lösung von 1.4 g Brom in 2 ccm Chloroform versetzt. Die Bromaddition verläuft sehr glatt, und es scheidet sich eine reichliche Menge glänzender Krystallschüppchen ab. Nach dem Absaugen werden diese aus einem Gemisch von Essigester und Petroläther zwei Mal umgelöst.

0.1882 g Sbst.: 0.2600 g CO_2 , 0.0617 g H_2O . — 0.1789 g Sbst.: 5.4 ccm N (16° , 757 mm). — 0.1076 g Sbst.: 0.1054 g AgBr.

$C_{12}H_{13}O_3NBr_2$. Ber. C 37.99, H 3.43, N 3.69, Br 42.22.
 Gef. » 37.67, » 3.64, » 3.51, » 42.10.

Beim Erhitzen im Capillarrohr schmilzt der Bromkörper bei $131-132^\circ$. Er ist in Wasser auch in der Wärme schwer löslich, leicht in warmem Benzol, Alkohol und Essigester. Aus letzterem Lösungsmittel scheidet sich die Verbindung beim Abkühlen in kurzen, dicken Prismen ab.

Aethen-tetracarbonsäureester, $(C_2H_5O_2C)_2C:C(CO_2C_2H_5)_2$.

Die ätherische Suspension von 23 g Natriumurethan lässt man mit 50 g Monobrommalonsäureester in der mehrfach beschriebenen Weise reagieren. Die Umsetzung, die zunächst ziemlich heftig verläuft, wird durch mehrstündiges Erwärmen vervollständigt. Beim Verdampfen der filtrirten, ätherischen Lösung hinterbleibt ein Oel, aus dem sich beim Erkalten Krystalle absetzen. Die Menge der Letzteren beträgt nach dem Absaugen und Trocknen 6—7 g.

Löst man den Rückstand vom Aetherfiltrat in Wasser und äthert aus, so lassen sich weitere 2 g des festen Körpers gewinnen. Die Ausbeute beträgt also 27 pCt. der theoretischen.

Das Rohproduct wurde durch Umlösen aus heissem, verdünntem Alkohol gereinigt und zur Analyse im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet.

0.2474 g Sbst.: 0.4810 g CO_2 , 0.1411 g H_2O .

$C_{14}H_{20}O_8$. Ber. C 53.16, H 6.33.
 Gef. » 53.02, » 6.34.

Das Ergebniss der Analyse, ferner der Schmelzpunkt der Substanz, welcher bei $57-58^\circ$ liegt, sowie ihre sonstigen Eigenschaften beweisen die Identität mit dem von Conrad und Guthzeit beschriebenen Aethentetracarbonsäureester.

Chloracetyl-glycinester, $\text{CH}_2\text{Cl} \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CO}_2 \text{C}_2\text{H}_5$.

25 g Glykocoll esterchlorhydrat werden in 25 ccm Wasser gelöst und unter guter Kühlung allmählich mit 18 ccm 10-fach normaler Kalilauge versetzt. Hierzu fügt man 22 g Chloressigester und schliesslich noch 10 g wasserfreie Soda in 50 ccm Wasser hinzu. Wenn man diese Mischung 3 Stunden schüttelt und dann unter guter Kühlung etwa 15 Stunden sich selbst überlässt, so ist der Geruch nach Chloressigester verschwunden. Man äthert aus, hebt die Aetherschicht ab, trocknet sie mit Natriumsulfat, und verdampft das Lösungsmittel. Es hinterbleiben 8 g eines Oeles, welches sich bei der fractionirten Destillation unter 12 mm Druck zerlegt in: 3 g Chloressigester bei 40 - 45°, 3 g Chloracetyl-glycinester bei 154 - 156° und 2 g eines braunen Rückstandes. Der Chloracetyl-glykocoll ester erstarrt alsbald nach der Destillation und wird aus einem Gemenge von Essigester und Petroläther umgelöst, woraus er in dünnen, rechteckigen Tafeln krystallisirt. Zur Analyse wurde die Substanz im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet.

0.1693 g Sbst.: 0.2474 g CO_2 , 0.0856 g H_2O . — 0.2578 g Sbst.: 17.1 ccm N (17°, 749 mm). — 0.1120 g Sbst.: 0.0887 g AgCl.

$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_3\text{NCl}$. Ber. C 40.10, H 5.57, N 7.79, Cl 19.77.

Gef. » 39.85, » 5.62, » 7.59, » 19.58.

Der Chloracetyl-glycinester schmilzt bei 62 - 63°.

Er ist in Wasser ziemlich löslich, sehr leicht in Alkohol, Aether und Essigester, weniger in Aceton, Chloroform und Benzol, fast gar nicht in Petroläther.

Cyanacetyl-glycinester, $\text{CH}_2(\text{CN}) \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CO}_2 \text{C}_2\text{H}_5$.

12.5 g Glykocoll esterchlorhydrat werden in 12.5 ccm Wasser gelöst und unter Kühlung mit 9 ccm 10-fach normaler Natronlauge versetzt. Hierzu fügt man noch 5 g wasserfreie Soda in 25 ccm Wasser und zum Schluss 10.2 g Cyanessigester hinzu. Diese Mischung lässt man unter guter Kühlung über Nacht stehen, versetzt dann mit Wasser und äthert drei Mal aus. Hierbei bleibt ein fester Rückstand, der abfiltrirt und aus siedendem Wasser umgelöst wird. Er schmilzt bei 100 - 101°. Die ätherische Lösung wird abgehoben, mit Natriumsulfat getrocknet und eingedampft. Das zurückbleibende Oel wird im Vacuum bei 12 mm Druck fractionirt, wobei zwischen 90° und 100° der grösste Theil des Esters unverändert zurückgewonnen wird. Der Rückstand erstarrt beim Ausgiessen, er wird aus Wasser umkrystallisirt und schmilzt dann ebenfalls bei 100 - 101°.

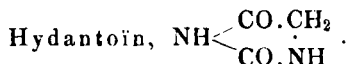
Die Gesamtausbeute an diesem Product beträgt ca. 1.8 g. Es wurde zur Analyse aus Alkohol umkrystallisirt und im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet.

0.1644 g Sbst.: 0.2966 g CO_2 , 0.0903 g H_2O . — 0.1378 g Sbst.: 20.5 ccm N (21°, 755 mm).

$\text{C}_7\text{H}_{10}\text{O}_3\text{N}_2$. Ber. C 49.41, H 5.88, N 16.51.

Gef. » 49.21, » 6.10, » 16.85.

In Aether und Petroläther ist die Verbindung auch in der Wärme schwer löslich, leicht dagegen in Essigester, Aceton, Chloroform und Benzol.



10 g salzsaurer Glycinester werden mit 5 ccm Wasser und dann mit 20 ccm Aether übergossen. Hierzu fügt man unter guter Kühlung 8 ccm Natronlauge (33 pCt.) und noch so viel trocknes und gekörntes Kaliumcarbonat, dass die wässrige Schicht einen Brei bildet. Nach dreimaligem Ausäthern werden die vereinigten Aetherauszüge mit trockner Pottasche und geglühtem Kalk getrocknet und dann filtrirt. Die so bereitete, trockne Lösung des Glykocollsters gießt man zu einer ätherischen Suspension von Natriumurethan aus 4.3 g Urethan und 1.1 g Natrium. Nun wird einige Stunden auf 40—50° erwärmt, dann filtrirt und der Aether verdampft. Hierbei hinterbleiben 1.5 g eines Oeles, welches nach Ammoniak riecht und keinen fester. Siedepunkt zeigt.

Der Rückstand vom Aetherfiltrat wird in Wasser gelöst und mit Salzsäure angesäuert. Durch Aether ist aus dieser sauren Lösung nichts auszu ziehen. Sie wird daher auf dem Wasserbade abgedampft und der Rückstand zwei Mal mit heissem Alkohol aufgenommen. Nach dem Abfiltriren vom ausgeschiedenen Kochsalz giebt die alkoholische Lösung beim Erkalten oder auf Zusatz von Petroläther eine Krystallabscheidung, deren Menge ca. 1.8 g beträgt.

Aus heissem Wasser krystallisirt dieser Körper in farnkrautartigen Krystallcomplexen vom Schmp. 217—218°.

Er ist hierdurch, ferner durch das Ergebniss der Analyse, sowie seine sonstigen Eigenschaften als Hydantoin gekennzeichnet.

0.1178 g Subst.: 0.1549 g CO₂, 0.0457 g H₂O. — 0.1100 g Subst.: 27.6 ccm N (20°, 750.5 mm).

C₃H₄O₂N₂. Ber. C 36.00, H 4.00, N 28.00.

Gef. » 36.86, » 4.31, » 28.33.

Wenn man die wässrige Lösung, anstatt anzusäuern, genau neutralisirt, dann einengt und wie oben behandelt, so erhält man eine Substanz, die bei 155° unter Zersetzung schmilzt, also mit der Hydantoin säure identisch sein dürfte.