

indem man sorgfältigst vermeidet, etwas davon an die Tiegelwandungen zu bringen, da sonst leicht durch kleine Explosionen Verluste entstehen können. Zum Schluss überschichtet man alles mit weiterem Nitrit — im ganzen verwendet man etwa 6 g Kaliumnitrit — und erwärmt den Tiegel anfangs gelinde. Wenn alles geschmolzen ist, erhält man die Masse bei möglichst niedriger Temperatur etwa eine halbe Stunde im Fluss und laugt nach dem Erkalten die Schmelze mit warmem Wasser aus. Zur Lösung fügt man Silbernitrat, säuert mit Salpetersäure gut an und verjagt die reichlich entweichende salpetrige Säure durch Erwärmen auf dem Wasserbade. Das ungelöst bleibende Chlorsilber wird in der üblichen Weise bestimmt.

Analyse von Kaliumperchlorat,  $\text{KClO}_4$ . Chlorgehalt: 25.57 pCt.  
 0.3924 g Sbst.: 0.4070 g AgCl, 0.1006 g Cl = 25.64 pCt. Cl. — 0.4436 g Sbst.: 0.4574 g AgCl, 0.1131 g Cl = 25.49 pCt.

In gleicher Weise lässt sich auch das im Salpeter enthaltene Perchlorat bestimmen, indem man ein oder mehrere Gramm Salpeter mit etwa der sechsfachen Menge Nitrit eben schmilzt. Zwar kann auch durch directes Erhitzen des Salpeters das darin enthaltene Perchlorat in Chlorid übergeführt werden, allein dazu ist eine wesentlich höhere Temperatur als bei dem angegebenen Verfahren nöthig, und es dürfte auch leicht eine Verflüchtigung des gebildeten Alkalichlorides möglich sein und die Perchloratbestimmung unsicher machen; deshalb sind Zusätze von Braunstein u. dergl. empfohlen worden, welche die Zersetzung des Perchlorates erleichtern sollen.

Diese Reactionen beruhen alle auf der gleichen wie die oben beschriebene: Durch das starke Erhitzen von Salpeter bildet sich unter Sauerstoffabgabe Nitrit, und Letzteres kann erst auf das Perchlorat in der angegebenen Weise reducierend einwirken.

Heidelberg, Laboratorium von Prof. M. Dittrich.

### 117. S. Gabriel: Zur Geschichte des Amino-acetons.

[Aus dem I. Berliner Universitätslaboratorium.]

(Eingegangen am 8. Februar 1905.)

Bei dem Studium der Einwirkung von Aminoaceton auf Benzaldehyd hat Th. Alexander<sup>1)</sup> nur die von mir und G. Pinkus<sup>2)</sup> gemachten Angaben über die Darstellung des Aminoacetonchlorhydrats berücksichtigt und übersehen, dass ich selbst dies Salz inzwischen völlig rein erhalten und analysirt habe<sup>3)</sup>. —

<sup>1)</sup> Monatsh. für Chem. **25**, 1074 (Chem. Centralbl. **1904**, II, 1659).

<sup>2)</sup> Diese Berichte **26**, 2198 [1893].

<sup>3)</sup> S. Gabriel und J. Colman, diese Berichte **35**, 3805 [1902].

Ich benutze die Gelegenheit einen Versuch mitzuthellen, den ich mit dem reinen Salz angestellt habe.

Man versetzt eine Lösung von 8 g Aminoaceton-chlorhydrat in 40 ccm absolutem Alkohol mit 3 ccm absoluter Blausäure und lässt das Ganze in einer verschlossenen Flasche etwa 8 Tage bei gewöhnlicher Temperatur stehen. Im Verlauf dieser Zeit haben sich krystallinische Warzen (ca. 1.5 g) an der Gefässwand abgesetzt. Nach dem Abwaschen mit Alkohol werden sie schnell in etwa 25 ccm siedendem Wasser gelöst, wobei der Geruch nach Blausäure auftritt. Beim Erkalten der Lösung scheidet sich die neue Substanz als ein aus dünnen Rhomben bestehendes Pulver ab (0.3 g).

Die neue Substanz verflüchtigt sich beim langsamen Erhitzen auf dem Ubrglase ohne vorher zu schmelzen, und schmilzt im Capillarrohr unter Aufschäumen bei 190—192°, nachdem sie von etwa 180° ab unter Gelbfärbung zusammengesintert ist. Der Schmelzpunkt wechselt mit der Schnelligkeit des Erhitzens.

0.1409 g Sbst. : 0.3038 g CO<sub>2</sub>, 0.0937 g H<sub>2</sub>O. — 0.1283 g Sbst.: 37.4 ccm (20.5°, 771 mm).

C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>. Ber. C 58.53, H 7.32, N 34.14.

Gef. » 58.80, » 7.39, » 33.91.

Der Körper ist also nach der Gleichung:



entstanden.

Möglicherweise liegt ein Polymeres (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>)<sub>n</sub> vor. — Dass die Substanz noch in nächster Beziehung zu ihren Generatoren steht, zeigt die Beobachtung, dass beim Umkrystallisiren aus Wasser (s. o.) Blausäure auftritt und in der wässrigen Mutterlauge Aminoaceton vorhanden ist, welches durch Ueberführung in Dimethylpyrazin beim Kochen mit Fehling'scher Lösung nachgewiesen wurde.

#### 118. Th. Zincke und G. Mühlhausen: Ueber die Anlagerung von Bromwasserstoff an aromatische Carbonylverbindungen.

[Aus dem chemischen Institut zu Marburg.]

(Eingegangen am 2. Februar 1905; mitgeth. in d. Sitz. von Hrn. C. Neuberg.)

Vor einiger Zeit <sup>1)</sup> haben wir, gelegentlich einer anderen Untersuchung, verschiedene Beobachtungen über die Einwirkung von Halogenwasserstoff auf *p*-Dioxy-dibenzalaceton, HO.C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>.CH:CH.CO.CH:CH.C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>.OH, mitgetheilt. Wir erhielten tief blauschwarze Additionsproducte, welche sich den von Baeyer und Villiger <sup>2)</sup> aus Dianisalaceton dargestellten an die Seite stellen; auf 1 Mol. Di-

<sup>1)</sup> Diese Berichte 36, 129 [1903]. <sup>2)</sup> Diese Berichte 35, 1192, 3013 [1902].