Die Versuche haben also dargetan, daß eine Umsetzung von BaCl<sub>2</sub> und NaNO<sub>2</sub> stattfindet, wenn die beiden Substanzen im pulverisierten Zustande innig gemengt werden, daß ferner die quantitative Umsetzung äquimolekularer Gewichtsmengen beider Substanzen in wäßriger Lösung vor sich geht, wenn Wasser nicht im Überschuß vorhanden ist. Die Ausbeute an Ba(NO<sub>2</sub>)<sub>2</sub> wird der theoretisch berechneten nur dann sehr nahe kommen, wenn für die Gewinnung des Ba(NO<sub>2</sub>)<sub>2</sub> nur soviel Wasser als Lösungsmittel vorhanden ist, als dem dritten Teile der berechneten Gewichtsmenge dieses Salzes bei 100° entspricht 1).

K. K. Technische Hochschule in Wien. Laboratorium für allgemeine Experimentalchemie.

## 139. Johannes Thiele: Ein neuer Apparat zur Schmelzpunktsbestimmung.

(Eingegangen am 27. Februar 1907.)

Der nebenstehend abgebildete Apparat hat sich seit zwei Jahren im Straßburger chemischen Institut und in einigen anderen Labora-

torien bestens bewährt.

Er besteht aus einem Rohr von ca. 2 cm Weite und 12 cm Länge, an welches ein Bogen von 1 cm Weite so angesetzt ist, daß er das untere Ende des Rohres mit der Mitte verbindet. Zum Gebrauch füllt man sovielSchwefelsäure ein, daß sie die obere Mündung des Bogens gerade sperrt, wenn das Thermometergefäß sich etwa in der Mitte zwischen den Schenkeln des Bogens befindet. Erhitzt man jetzt die Krümmung des Bogens, so beginnt die Schwefel-

säure in dem Apparat zu zirkulieren, wie das Wasser in einer Warmwasserheizung; in dem Rohr bewegt sie sich dabei von oben nach unten und bewirkt ein sehr gleichmäßiges Steigen des Thermometers.

Der Apparat arbeitet viel gleichmäßiger, als alle anderen Apparate ohne mechanischen Rührer, er heizt sich sehr schnell an, geht wenig nach, kühlt sehr schnell wieder ab, und ist durchaus nicht zerbrechlicher, als die anderen Apparate zur Schmelzpunktsbestimmung. Da die Säure in dem Rohr ein Temperaturgefälle von oben nach unten hat, schmelzen bei raschem Anheizen zuerst die etwa im oberen

<sup>1)</sup> Zu allen Versuchen wurden Kahlbaum sche Präparate verwendet.

Teil der Capillare haftenden Stäubchen der Substanz, und man kann daran leicht erkennen, wenn man in die Nähe des Schmelzpunktes gekommen ist.

Der Apparat wird von Hrn. Karl Kramer in Freiburg i. B. angefertigt.

## 140. Ernst Mohr und Fr. Köhler: Acetylierung der Anthranoyl-anthranilsäure.

[Vorläufige Mitteilung aus dem chem. Institut der Universität Heidelberg.] (Eingegangen am 25. Februar 1907.)

Acetyliert man Anthranoyl-anthranilsäure (1 Mol.), NH<sub>2</sub>.C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>.CO.NH.C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>.CO<sub>2</sub>H, mit genau einem Molekül Essigsäureanhydrid durch kurzes Erwärmen auf 100° (Vorschrift von Anschütz, Schmidt und Greiffenberg¹)), so entsteht Acetylanthranoyl-anthranilsäure, CH<sub>3</sub>.CO.NH.C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>.CO.NH.C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>.CO<sub>2</sub>H (Schmp. 223—226°). Wendet man aber mehr Essigsäureanhydrid an und erwärmt etwas länger, so entsteht eine bisher noch nicht beschriebene, fast weiße, nur sehr schwach gelbstichige, bei 211° ohne Gasentwicklung schmelzende Substanz, die aus viel siedendem Ligroin oder wenig siedendem Benzol umkrystallisiert werden kann, und sich von der Acetylanthranoyl-anthranilsäure durch ihre Unlöslichkeit in kaltem, wäßrigem Ammoniak scharf unterscheidet³). Die Analyse zeigt, daß die neue Substanz aus der Acetylanthranoyl-anthranilsäure durch Abspaltung eines Moleküls Wasser entstanden ist.

 $CH_3.CO.NH.C_6H_4.CO.NH.C_6H_4.CO_2H = H_2O + C_{16}H_{12}O_3N_2.$ 

0.1989 g Sbst.: 0.5006 g CO<sub>2</sub>, 0.0790 g H<sub>2</sub>O. — 0.1457 g Sbst.: 13.2 ccm N (17.8°, 742.2 mm). — 0.1716 g Sbst.: 15.5 ccm N (16.2°, 739.0 mm).

Konstitutionsformel wahrscheinlich:

$$CH_3 . CO . NH . C_6H_4 . C = N O . CO > C_6H_4 .$$

Diese Substanz ist isomer der von Kowalski und Niementowski<sup>3</sup>) als Anhydroäthenyldianthranilsäure bezeichneten, von Anschütz,

<sup>1)</sup> Diese Berichte 35, 3478 [1902].

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Einer freundlichen brieflichen Mitteilung zufolge hat auch Hr. Hans Meyer dieselbe Substanz bei ähnlichen Reaktionsbedingungen aufgefunden.

<sup>3)</sup> Diese Berichte 80, 1187 [1897].