

Schmp. 172°. Gut in Benzol und Äther, weniger in Alkohol, in konzentrierter Schwefelsäure mit smaragdgrüner Farbe löslich.

0.1274 g Subst.: 15.1 ccm N (15°, 753 mm).

$C_{22}H_{27}N_4$ . Ber. N 13.52. Gef. N 13.68.

Heidelberg, Chemisches Institut der Universität.

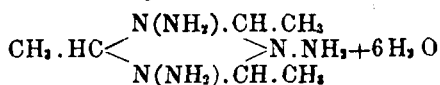
### 153. R. Stollé: Über Aldehyd-hydrazin.

[Vorläufige Mitteilung.]

(Eingegangen am 13. April 1911.)

Der dem Aldehydammoniak entsprechende Hydrazin-Abkömmling<sup>1)</sup> entsteht unter Wärmeentwicklung, wenn Hydrazinhydrat (1 Mol.) und Acetaldehyd (1 Mol.) in wenig Alkohol zusammengebracht werden. Das erkaltete Gemisch scheidet beim Impfen oder Reiben Aldehydhydrazin in farblosen kleinen Krystallen ab, die mit wenig Alkohol und Äther gewaschen und durch Krystallisation aus Alkohol analysenrein erhalten werden.

Sie zeigen die Zusammensetzung  $CH_3 \cdot CH \left\langle \begin{array}{l} NH \cdot NH_2 \\ OH \end{array} \right.$ ,  $H_2O$  bzw.  $CH_3 \cdot CH : N \cdot NH_2 \cdot 2H_2O$ , so daß im Anschluß an die Untersuchungen von Delépine über Aldehydammoniak wohl die Formel



die größte Wahrscheinlichkeit hat, zumal bei längerem Stehen im Vakuumexsiccator die wasserfreie Verbindung entsteht.

0.8474 g Subst.: 0.3218 g  $CO_2$ , 0.3433 g  $H_2O$ . — 0.1143 g Subst.: 28.5 ccm N (9°, 756.5 mm).

$C_6H_{18}N_6 + 6H_2O$ . Ber. C 25.53, H 10.67, N 29.79.

Gef. » 25.26, » 11.05, » 30.02.

0.105 g Subst. (im Exsiccator über Phosphorperoxyd getrocknet): 43.3 ccm N (10.5°, 736.5 mm).

$C_6H_{18}N_6$ . Ber. N 48.27. Gef. N 48.21.

<sup>1)</sup> Die Anregung zu den Versuchen gaben mir von Hrn. Dr. Raschig freundlichst zur Untersuchung übersandte, große, durchsichtige Krystalle, die sich bei der Darstellung von Stickstoffnatrium (B. 41, 2811 [1908]) ausgeschieden hatten, als nach Abscheidung des Natriumazids Alkohol und unverändertes Hydrazin abdestilliert wurden und das Destillat längere Zeit in der Kälte gestanden hatte. Äthylnitrit hatte wohl die Oxydation von etwas Alkohol bewirkt.

Aldehydhydrazin schmilzt bei 60° und ist leicht in kaltem, spielend in heißem Alkohol und Wasser, wenig in Äther und Benzol löslich. Unreine Präparate färben sich beim Aufbewahren leicht gelb. Schon die schwach angesäuerte, wäßrige Lösung liefert, mit Benzaldehyd geschüttelt, Benzalazin. Beim Erwärmen der Krystalle mit verdünnten Säuren ist Acetaldehyd-Geruch deutlich erkennbar; eine vollständige Spaltung in Aldehyd und Hydrazin findet aber auch bei wiederholtem Eindampfen mit konzentrierter Salzsäure nicht statt, denn die jodometrische Bestimmung des so gebildeten Hydrazinchlorhydrats ergab stets etwas zu geringe Werte (etwa 32 %, statt ber. 34.04 %  $N_2H_4$ ).

Aldehydhydrazin ist gegen Alkalien recht beständig. Auch beim Erhitzen einer alkoholischen Lösung mit Amylnitrit und Natriumäthylat wird kein Natriumazid gebildet. In der Kälte entsteht vielmehr das noch näher zu untersuchende Natriumsalz einer offenbar wenig beständigen Verbindung, da schon beim Ansäuern mit Essigsäure Gasentwicklung eintritt.

Aldehydhydrazin liefert in der Kälte in wäßriger und alkoholischer Lösung mit Silbernitrat einen weißen, wenig beständigen Niederschlag der Silbernitrat-Doppelverbindung  $C_6H_{13}N_6, 3AgNO_3$ , die aber anscheinend auch wasserhaltig ist. Beim Erwärmen tritt sofort Reduktion ein.

Die Untersuchung wird fortgesetzt.

Heidelberg, Chemisches Institut der Universität.

#### 154. N. Schlesinger: Über Äthylen-bis-[imino-isobuttersäure].

[Aus dem Organischen Laboratorium der Universität Moskau.]

(Eingegangen am 15. April 1911.)

Vor einigen Jahren zeigten N. Zelinsky und G. Stadnikow<sup>1)</sup>, daß man durch Einwirkung von Cyankalium und Ammoniumchlorid auf Aceton das  $\alpha$ -Amino-isobuttersäurenitril erhält, das dann zur Aminosäure selbst verseift werden kann. Indem ich das Ammoniumchlorid durch Äthylendiamin-hydrochlorid ersetzte, erhielt ich das Äthylen-bis-[ $\alpha$ -imino-isobuttersäurenitril] und durch dessen Verseifung die entsprechende Säure:  $(CH_3)_2(CO_2H)C.NH.CH_2.CH_2.NH.C(CH_3)_2(CO_2H)$ .

<sup>1)</sup> B. 39, 1722 ff. [1906].