

parates kleine Tröpfchen von Anilin angesammelt, und es sublimierte eine Spur kleiner Nadelchen. Der stark verkohlte Rückstand wurde mit Wasser ausgekocht; beim Erkalten krystallisierte daraus unverändertes Iminodiessigsäureanilid.

Trotzdem mehrere Sublimationen ausgeführt wurden, blieb die Ausbeute an diesen sublimierten Nadelchen so minimal, daß sie lange nicht zu einer Mikroanalyse gereicht hätten. Dieses rohe Sublimat besaß den Schmelzpunkt von ca. 180°.

Es ist anzunehmen, daß beim Imino-diessigsäure-anilid die beiden Phenylgruppen die Ringbildung sterisch erschweren, und sie daher so schwer oder gar nicht erfolgt.

Zürich, Chemisches Universitäts-Laboratorium.

222. J. V. Dubsky: Zur Kenntnis der Diketo-piperazine.

VI. Mitteilung. Ch. Gränacher: Die Einwirkung von Brom-acetamid auf Glykokoll-anilid.

(Eingegangen am 5. Oktober 1917.)

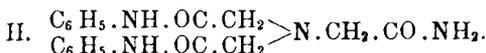
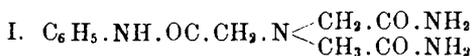
In der Hoffnung, das Phenylimino-diacetimid durch Einwirkung von $\text{Br} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CO} \cdot \text{NH}_2$ auf Glykokoll-anilid zu erhalten, wurden die folgenden Versuche ausgeführt.

Als Ausgangsmaterial dienten Anilin und Chlor-acetylchlorid, das durch Behandeln von Monochloressigsäure mit Phosphorpentachlorid erhalten worden war. Indem man Chlor-acetylchlorid, durch viel absoluten Äther verdünnt, in eine verdünnte absolut-ätherische Anilinlösung einfließen ließ, wurde das Chlor-acetanilid erhalten. Die ersten Versuche, aus letzterem das Glykokoll-anilid nach der kurz gehaltenen Patentvorschrift von Friedländer¹⁾ durch Einwirkenlassen von Ammoniak zu erhalten, lieferten fast ausschließlich Diglykolamid-säure-anilid, so daß eine eigene Methode ausgearbeitet werden mußte. Das Ziel erreichten wir, indem wir Ammoniak und Chlor-acetanilid unter starkem Druck im Autoklaven auf einander einwirken ließen.

Nun gingen wir daran, die Reaktion des Glykokoll-anilids auf Brom-acetamid zu studieren. Nach langen Versuchen ist es uns dann gelungen, die günstigsten Versuchsbedingungen herauszufinden, um ein Reaktionsprodukt isolieren zu können. Wir erhielten dabei:

¹⁾ D. R.-P. 59121, 59874; Friedländer, III, 916, 918.

Triglykolamidsäure-diamid-anilid (I) und Triglykolamidsäure-dianilid-amid (II):



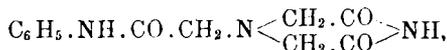
Wie sich später herausstellte, bildet sich bei dieser Reaktion das Triglykolamidsäure-dianilid-amid (II) nur, wenn das verwendete Glykokollanilid nicht ganz rein war, sondern noch etwas von dem bei der Darstellung des letzteren immer auch entstehenden Imino-diessigsäure-anilids enthielt.

Das Triglykolamidsäure-anilid-diamid (I) wurde noch weiter charakterisiert durch sein salzsaures Salz, das leicht durch Lösen der Base in Salzsäure und Fällen mit Alkohol erhalten werden konnte. Die ersten Analysenresultate der freien Base fielen für Kohlenstoff stets etwas zu hoch aus, was wahrscheinlich dadurch bedingt war, daß das Diamid mit einer Spur des Monoamids:



verunreinigt war; Versuche, auch letzteres zu isolieren, mißlingen, da es jedenfalls in zu kleinen Mengen vorhanden ist. Durch öfteres Umkrystallisieren konnte dann das Diamid rein erhalten werden.

Durch Erhitzen dieses Diamids unter geeigneten Bedingungen im Vakuum konnte noch 1 Mol. Ammoniak abgespalten werden, und das Imid,



das als 3.5-Diketo-hexahydro-1.4-diazin-1-essigsäureanilid bezeichnet werden kann, wurde erhalten. Dieses wurde charakterisiert durch die Darstellung seines salzsauren und salpetersauren Salzes. Beim Nitrieren mit absoluter Salpetersäure konstatierten wir den Eintritt zweier Nitrogruppen, die wahrscheinlich in den Phenylrest gegangen sind.

Versuchs-Teil.

Glykokoll-anilid¹⁾, $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{NH}\cdot\text{OC}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{NH}_2$.

Da die Angaben in der Literatur über die Darstellung des Glykokoll-anilids mangelhaft sind und frühere Versuche erfolglos waren, wurde ein eigener Weg zur Darstellung des Körpers eingeschlagen.

¹⁾ D. R.-P. 59121, 59874; Friedländer, III, 916, 918; Beilstein, II, 170.

Wie verschiedene Versuche ergeben haben, erhält man bei Verarbeitung größerer Mengen Chlor-acetanilid die besten Ausbeuten.

Je 50 g Chlor-acetanilid wurden in 500 cem Alkohol aufgelöst und die Lösung in einer Eis-Kochsalz-Kältemischung mit trockenem Ammoniakgas gesättigt, was geschehen ist, wenn die Flüssigkeit sich um die Hälfte ihres Volumens vermehrt hat. Nun wurde die Lösung möglichst schnell in einen gut schließenden, mit verschraubbarem Deckel versehenen Autoklaven gebracht und sofort luftdicht verschraubt. Das Ganze wurde dann auf einem Wasserbade auf 50—60° erhitzt und 12—15 Stdn. bei dieser Temperatur erhalten. Nachdem der Druck durch das Ventil abgelassen und der Autoklav geöffnet worden ist, gießt man die Lösung in eine Porzellanschale und dampft ein, was sehr vorsichtig zu geschehen hat. Die Flüssigkeit darf nur eingeengt werden, denn sobald sie sich anfängt bräunlich zu färben, beginnt die Verharzung des Produkts, die, falls man weiter erhitzt, schnell soweit geht, daß man nachher gar kein Glykokoll-anilid mehr isolieren kann.

Es ist daher am besten, man enge nicht ganz ein und lasse dann 24 Stdn. im Eisschrank stehen, wobei die ganze Masse krystallinisch erstarrt.

Letztere wird mit möglichst wenig Wasser ausgekocht, vom abgeschiedenen Harz abgegossen, abgekühlt und mit Natronlauge stark alkalisch gemacht, wobei sofort oder nach einigem Stehen in einer Kältemischung und Reiben an den Gefäßwänden sich das Glykokoll-anilid in feinen Nadelchen abscheidet. Diese werden von der Lauge scharf abgesaugt, in ziemlich viel heißem Wasser gelöst und die Lösung eine halbe Stunde in der Kälte stehen gelassen; dabei scheidet sich das immer in geringer Menge entstehende Diglykol-amidsäureanilid, das schwer löslich ist, ab. Es wird kalt abfiltriert und auf dem Wasserbade eingeengt, wobei dann die Lösung beim Stehen in der Kälte Glykokoll-anilid in schönen Nadeln ausscheidet, die nach ein- bis zweimaligem Umkrystallisieren aus wenig Wasser analysenrein sind.

Das Glykokoll-anilid bildet gut ausgebildete Nadeln oder derbe Krystalle, die den Schmp. 62° besitzen. Sie enthalten 2 Mol. Krystallwasser (Friedländer gibt an 1½ Mol.), die durch Stehen im Exsiccator leicht abgegeben werden. Seine wäßrigen Lösungen reagieren stark alkalisch.

Ausbeute: Beim Arbeiten mit 50 g Chlor-acetanilid erhält man ca. 30 g umkrystallisiertes Glykokoll-anilid. Beim Arbeiten mit geringeren Mengen wird die Ausbeute wesentlich verringert.

5.43 mg Subst.: 0.744 cem N (20°, 728 mm). — 0.1655 g Subst. verloren beim Stehen im Exsiccator bis zum konstanten Gewicht 0.0320 g.

$C_8H_{10}N_2O + 2H_2O$. Ber. N 15.05, H_2O 19.40.
Gef. » 15.29, » 19.33.

Bromacet-glykokoll-anilid,
 $C_6H_5 \cdot NH \cdot OC \cdot CH_2 \cdot NH \cdot OC \cdot CH_2 \cdot Br$.

4 g Brom-acetylbromid wurden mit 30 ccm trockenem Benzol verdünnt und dann allmählich 6 g (2 Mol.) fein pulverisiertes Glykokoll-anilid eingetragen. Durch äußere Kühlung wurde gesorgt, daß die Temperatur des Gemisches nicht über Handwärme stieg. Sobald keine Temperaturerhöhung mehr stattfand, wurde die Kühlung unterbrochen und das Gemisch noch 1 Stde. stehen gelassen. Dann wurde das abgeschiedene Bromacetyl-glykokoll-anilid abgesaugt, mit Benzol gut gewaschen und dann in wenig siedendem Alkohol gelöst. Nach vollständiger Lösung wurde mit dem 4- bis 5-fachen Volumen kochendem Wasser verdünnt und langsam erkalten gelassen, wobei das Bromacetyl-glykokoll-anilid in feinen weißen Nadelchen auskristallisierte. Nach nochmaligem Umkristallisieren auf obige Weise war die Substanz analysenrein.

Das Bromacetyl-glykokoll-anilid bildet feine weiße Nadelchen, die in Alkohol, besonders heiß, leicht löslich sind. Unlöslich in Benzol, sehr schwer löslich in kaltem Wasser, ziemlich löslich in heißem Wasser. Es besitzt den Schmp. 170—172° (unter starker Zersetzung).

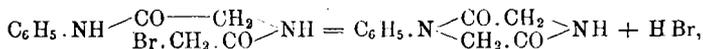
Die analysierte Substanz wurde im Exsiccator über Chlorcalcium getrocknet.

7.740 mg Sbst.: 0.708 ccm N (11°, 712 mm). — 45.35 mg Sbst.: 31.00 mg Ag Br.

$C_{10}H_{11}O_2N_2Br$. Ber. N 10.33, Br 29.25.

Gef. » 10.30, » 29.10.

Ein Versuch, aus dem Bromacetyl-glykokoll-anilid Bromwasserstoff durch Erhitzen im Vakuum-Sublimationsapparat auf 170—200° abzuspalten, gemäß folgendem Schema:



ergab negative Resultate. Die Hauptmasse verkohlte und verharzte vollständig, wobei beim Öffnen des Apparates ein starker Geruch nach Bromessigsäure auftrat. Die verkohlte harzige Masse wurde mit Wasser ausgekocht, wobei sich die Lösung intensiv gelb färbte, beim Erkalten schied sich aber keine Spur des erwarteten *N*-Phenyl-glycyl-glycins¹⁾ ab.

Triglykolamidsäure-diamid-anilid,
 $C_6H_5 \cdot NH \cdot CO \cdot CH_2 \cdot N(CH_2 \cdot CO \cdot NH_2)_2$.

Folgende Versuche wurden unternommen in der Absicht, 1 Mol. Glykokoll-anilid mit 1 Mol. Brom-acetamid zu kondensieren. Nach vielen Versuchen ergab sich folgende Darstellungsweise als die beste

¹⁾ B. 40, 3241 [1907]; C. 1907, II 974.

und gelindeste zur Darstellung (sehr wahrscheinlich eines Gemisches) von Triglykolamidsäure-diamid-anilid und Iminodiessigsäure-amid-anilid. Da voraussichtlich die beiden letztgenannten Körper in ihren Eigenschaften weit übereinstimmen, ist es dann in der Folge mir gelungen, durch oft wiederholte Krystallisation das Triglykolamidsäure-diamid-anilid (das schwerer lösliche) zu isolieren.

5 g Glykokoll-anilid (1 Mol.) wurden mit 4.6 g Brom-acetamid (1 Mol.) äußerst fein und gut mit einander verrieben. Dieses Gemisch wurde nun 12—24 Stdn. bei Zimmertemperatur (20°) stehen gelassen. Ganz allmählich tritt die Reaktion ein, daran sichtbar, daß die Masse feucht und schließlich dickflüssig wird. Auf diese Art und Weise geht die Reaktion ohne merkliche Temperatur-Erhöhung vor sich.

Ist die Zimmertemperatur zu niedrig, so tritt die Reaktion nicht ein, findet dann aber dennoch statt, wenn man das Gemisch nochmals kräftig schüttelt. Das Gemisch wird stehen gelassen, bis die während der Reaktion halbflüssige Masse wieder erstarrt ist. Nun wird die Reaktionsmasse mit 10—15 ccm Alkohol versetzt und stark aufgeköcht, wobei die nicht in Reaktion gegangenen Mengen von Brom-acetamid und Glykokoll-anilid in Lösung gehen, während das Triglykolamidsäure-diamid-anilid größtenteils ungelöst bleibt. Nach einigem Stehen in der Kälte scheidet sich auch noch eine geringe Menge gelöstes Amid ab und setzt sich als feines, weißes Pulver am Boden des Gefäßes nieder. Wenn die überstehende Flüssigkeit klar geworden ist, wird abgesaugt und mit Alkohol und Äther gut gewaschen. Das Produkt wird aus der nötigen Menge kochendem Wasser mehrmals umkrystallisiert, wobei sich aus nicht allzu konzentrierten Lösungen das Amid nach 1—2 Tagen in derben, dicken Blättchen abscheidet.

Das Triglykolamidsäure-diamid-anilid bildet derbe, dicke Plättchen, die meistens glasklar sind. Sie sind in allen Lösungsmitteln, mit Ausnahme des Wassers, unlöslich. In kaltem Wasser ist der Körper fast unlöslich, in heißem ziemlich leicht; einmal gelöst, krystallisiert er aber nur langsam wieder aus.

Er beginnt bei 224° zu sintern, schmilzt bei 227° unter Gasentwicklung zu einer hellgelben Flüssigkeit.

Das Triglykolamidsäure-diamid-anilid ist nur eine schwache Base, deren Salze in wäßriger Lösung z. T. so weit hydrolytisch gespalten sind, daß ein Teil freie Base auskrystallisiert. Ausbeute 1 g.

Die Substanz wurde zur Analyse im Exsiccator über Chlorcalcium getrocknet.

5.870 mg Sbst.: 11.770 mg CO₂, 3.240 mg H₂O. — 7.030 mg Sbst.: 14.150 mg CO₂, 4.080 mg H₂O. — 3.830 mg Sbst.: 0.730 ccm N (20°, 719 mm). — 4.950 mg Sbst.: 0.921 ccm N (16°, 719 mm).

C₁₂H₁₆O₃N₄. Ber. C 54.55, H 6.06, N 21.21.
Gef. » 54.68, 54.89, » 6.17, 6.49, » 21.01, 20.78.

Triglykolamidsäure-diamid-anilid-Hydrochlorid.

1 g reines krystallisiertes Amid wurde fein verrieben und allmählich in der Kälte in 5 ccm konz. Salzsäure eingetragen. Sollte sich nicht alles sogleich lösen, so wird schwach erwärmt, bis eben Lösung eintritt, dann aber sofort abgekühlt, um die verseifende Wirkung der Salzsäure zu verhindern. Zu der klaren Lösung wurde das gleiche Volumen Alkohol zugesetzt, wobei momentan das salzsaure Salz als voluminöse Masse ausfiel, so daß die ganze Lösung erstarrte. Nach kurzem Stehen wird abgesaugt, mit Alkohol und Äther gewaschen und auf Tonplatten getrocknet.

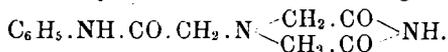
Das salzsaure Triglykolamidsäure-diamid-anilid bildet ein amorphes weißes Pulver, das in Alkohol unlöslich ist, leicht löslich aber in Wasser. Aus den wäßrigen Lösungen kann es mit Alkohol nicht mehr gefällt werden. Die wäßrige Lösung reagiert auf Lackmus sauer. Das Salz schmilzt unscharf, nach vorherigem Sintern bei 200—202°.

Die analysierte Substanz wurde im Trockenschrank bei 110° bis zum konstanten Gewicht getrocknet, da diese amorphe Masse leicht etwas Feuchtigkeit und Salzsäure zurückhält.

4.740 mg Sbst.: 0.784 ccm N (12°, 720 mm). — 6.080 mg Sbst.: 1.000 ccm N (12°, 720 mm). — 46.620 mg Sbst.: 22.760 mg AgCl. — 43.360 mg Sbst.: 11.200 mg AgCl.

$C_{12}H_{17}O_3N_4Cl$. Ber. N 18.63, Cl 11.82.
Gef. » 18.77, 18.70, » 12.08, 12.01.

3.5-Diketo-hexahydro-1.4-diazin-1-essigsäure-anilid,



Je 1 g reines Triglykolamidsäure-diamid-anilid wurden im Vakuum-Sublimationsapparat rasch auf 220—250° erhitzt, bis alles geschmolzen war, und dann noch ca. eine Viertelstunde auf 200—210° erhalten. Das Amid schmilzt unter Bräunung und lebhafter Gasentwicklung. Sobald letztere nachläßt, wird weiteres Erhitzen unterbrochen, der Apparat erkalten gelassen und das braune, harzige Reaktionsprodukt mit wenig Wasser ausgekocht. Beim Erkalten scheidet sich das rohe Imid in Blättchen ab. Zur Reinigung wurden letztere nochmals aus heißem Wasser unter Zusatz von Tierkohle und schließlich aus 80-proz. Alkohol umkrystallisiert, wobei sich die Base in prächtig perlmutterglänzenden Blättchen abscheidet, die dann auf der Tonplatte getrocknet wurden.

Der Körper bildet weiße, glänzende Blättchen, die bei 189—190° zu einer klaren, hellgelben Flüssigkeit schmelzen.

Das 3.5-Diketo-hexahydro-1.4-diazin-1-essigsäure-anilid ist leicht löslich in heißem Wasser, schwer in kaltem, ebenfalls schwer löslich in verdünntem kaltem Alkohol, unlöslich in Benzol.

Es ist eine schwache Base, löst sich daher leicht in verdünnten Säuren unter Bildung von Salzen. Der Körper löst sich aber auch sehr leicht in Alkalien auf. Ausbeute 0.1—0.2 g.

Die analysenreine Substanz wurde im Exsiccator über Chlorcalcium getrocknet.

5.270 mg Sbst.: 11.230 mg CO₂, 2.68 mg H₂O. — 5.540 mg Sbst.: 11.850 mg CO₂, 2.775 mg H₂O. — 4.875 mg Sbst.: 0.735 ccm N (15°, 716 mm). — 6.340 mg Sbst.: 0.995 ccm N (20°, 708 mm).

C₁₂H₁₃O₃N₃. Ber. C 58.30, H 5.30, N 17.01.

Gef. » 58.12, 58.34, » 5.69, 5.60. » 17.07, 17.03.

3.5-Diketo-hexahydro-1.4-diazin-1-essigsäure-anilid-Hydrochlorid.

0.5 g Imid wurden fein pulverisiert und allmählich in 2 ccm konz. Salzsäure eingetragen. Nach kurzer Zeit, nach einigem Reiben an den Glaswänden des Gefäßes, krystallisierte das salzsaure Imid in feinen Kryställchen aus. Diese wurden abgesaugt, in 3 ccm Salzsäure 1:1 heiß gelöst, und dann erkalten gelassen, wobei das Salz in schönen Blättchen auskrystallisierte, die abgesaugt und an der Luft getrocknet wurden.

Das salzsaure Imid krystallisiert in Blättchen, die 1 Mol. Krystallwasser enthalten und bei 190—200° unter Zersetzung schmelzen, nachdem sie schon bei 180° zu sintern beginnen. Es ist leicht löslich in Wasser; die wäßrige Lösung reagiert sauer auf Lackmus. Das Krystallwasser sowohl, als auch die Salzsäure sind sehr locker an das Imid gebunden; denn nach einigem Erhitzen auf 100—110° verliert das Salz sämtliches Wasser und damit auch den Hauptteil der Salzsäure.

Die analysierte Substanz war frisch hergestellt und 24 Stdn. an der Luft auf Tonplatten getrocknet.

3.640 mg Sbst.: 0.451 ccm N (19°, 727 mm). — 56.040 mg Sbst.: 26.170 mg AgCl. — 50.685 mg Sbst.: 23.80 mg AgCl. — 15.780 mg Sbst. verloren nach 6½-stündigem Erhitzen auf 100—110° 2.78 mg an Gewicht.

3.5-Diketo-hexahydro-1.4-diazin-1-essigsäure-anilid-Nitrat.

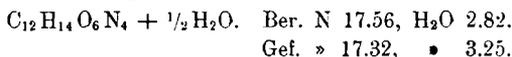
1 g Imid wurde fein pulverisiert und allmählich in kalte, mäßig konzentrierte Salpetersäure eingetragen. Nach kurzem Stehen in der Kälte und Reiben an den Glaswänden beginnt die Krystallisation des Nitrates. Es wird abgesaugt, mit wenig Wasser gewaschen und aus wenig heißer verdünnter Salpetersäure umkrystallisiert. Beim Erkalten der Lösung scheidet sich das Nitrat in prächtig perlmutterglänzenden Blättchen ab, die auf der Tonplatte getrocknet werden.

Dieses Imidnitrat krystallisiert in glänzenden Blättchen mit ½ Mol. Krystallwasser. Es ist ziemlich unbeständig, schon nach kurzem

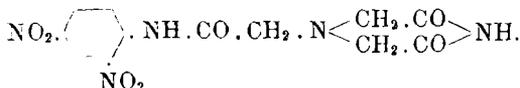
Erhitzen über 100° zersetzt es sich unter starker Bräunung. Es schmilzt bei 124° unter explosiver Gaseptwicklung und Zersetzung. Während es in Wasser leicht löslich ist, ist es in verdünnter Salpetersäure schwer löslich und kann daher aus letzterer umkrystallisiert werden.

Die analysierte Substanz war frisch hergestellt und 24 Stdn. auf der Tonplatte an der Luft getrocknet.

5.190 mg Sbst.: 0.804 ccm N (19°, 727 mm). — 19.040 mg Sbst. verloren an Gewicht bei 5-stündigem Erhitzen auf 90—100° 0.620 mg an Gewicht, wobei ziemliche Bräunung eintrat.



Dinitro-3.5-diketo-hexahydro-1.4-diazin-1 essigsäureanilid,



0.5 g Imid wurden vorsichtig und unter Kühlung in 5 ccm absolute Salpetersäure eingetragen. Nachdem alles eingetragen war, wurde die Mischung auf Eis gegossen, wobei sofort die Abscheidung eines gelblichweißen, amorphen Pulvers stattfand. Nun wurde mit Wasser verdünnt, der Niederschlag abgesaugt und mit Wasser und Alkohol gewaschen. Nach dem Trocknen wurde das Nitroprodukt in viel kochendem Alkohol gelöst, wobei dann beim Erkalten der Lösung und mehrstündigem Stehen in der Kälte der Körper in feinen Nadeln auskrystallisierte.

Dieser Dinitrokörper bildet, frisch hergestellt, nur schwach gelblich gefärbte, feine Nadelchen, die sich aber am Licht bald kanariengelb färben.

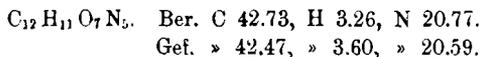
Er ist unlöslich in Wasser und kaltem Alkohol, ziemlich schwer löslich in heißem Alkohol.

Der Körper schmilzt bei 225—226° unter Zersetzung, nachdem er sich schon vorher stark bräunt und zusammensintert.

Die beiden Nitrogruppen müssen im Benzolkern sitzen, da sie in diesem Körper an keine andere Stelle hingehen könnten, und zwar dem Substitutionsgesetz zufolge in 2.4-Stellung.

Der analysierte Körper wurde im Exsiccator über Chlorcalcium getrocknet. Ausbeute fast quantitativ.

10.405 mg Sbst.: 16.200 mg CO₂, 3.350 mg H₂O. — 7.215 mg Sbst.: 1.319 ccm N (11°, 712 mm).



Triglykolamidsäure-dianilid-amid,
 $(C_6H_5.NH.CO.CH_2)_2N.CH_2.CO.NH_2$.

Der Körper entsteht immer als Verunreinigung bei der Kondensation von Glykokoll-anilid mit Brom-acetamid, wenn das Glykokoll-anilid nicht ganz rein war, sondern noch etwas von dem immer bei der Darstellung des letzteren entstehenden Diglykolamidsäure-anilids enthält. Er ist entstanden durch Kondensation von 1 Mol. Diglykolamidsäure-anilid und 1 Mol. Brom-acetamid und kann direkt durch Schmelzen eines Gemisches molekularer Mengen der beiden genannten Körper dargestellt werden.

Das Dianilid-amid ist leicht löslich in Alkohol und heißem Wasser und scheidet sich daraus beim Erkalten in laugen, haarförmigen Nadeln ab. Es schmilzt bei 165° ohne Zersetzung zu einer klaren Flüssigkeit.

Die analysierte Substanz wurde im Exsiccator über Chlorcalcium getrocknet.

8.255 mg Sbst.: 19.170 mg CO_2 , 4.445 mg H_2O . — 8.350 mg Sbst.: 1.218 ccm N (10° , 711 mm).

$C_{18}H_{20}O_3N_4$. Ber. C 63.53, H 5.88, N 16.48.
 Gef. » 63.34, » 6.02, » 16.40.

Zürich, Chemisches Universitätslaboratorium.

223. J. V. Dubsy: Mikro-Elementaranalyse organischer Substanzen¹⁾.

(Eingegangen am 5. Oktober 1917.)

Die vereinfachte Mikro-Elementaranalyse hat eingehende Berücksichtigung in den einzelnen Instituten gefunden, und im chemischen Institut der Universität Zürich wird nunmehr nur mikroanalytisch gearbeitet. Es ist dennoch wünschenswert, mit einigen Worten auf unsere Erfahrungen der letzten Zeit hinzuweisen.

Die Arbeitsmethoden für die mikrogasometrische Stickstoffbestimmung haben sich als ideal und vollkommen einwandfrei erwiesen in Hunderten von Analysen. Schon Ed. Lautemann²⁾ zeigte, daß die Aufsehen erregende Zerlegung von CO_2 in CO durch poröses, schwammiges Kupfer nach Limpricht³⁾, bei der Elementaranalyse nicht in

¹⁾ Vergl. die vereinfachte quantitative Mikro-Elementaranalyse organischer Substanzen von J. V. Dubsy, Verlag Veit & Co., Leipzig 1917.

²⁾ A. 109, 301 [1859].

³⁾ A. 108, 46 [1859].