

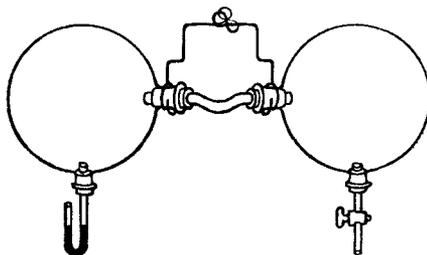
77. Karl Brunner: Vorlesungsversuch.

[Chemisches Institut der Universität Innsbruck.]

(Eingegangen am 16. Januar 1919.)

Um Lavoisiers¹⁾ grundlegenden Versuch, durch den bewiesen wurde, daß beim Erhitzen von Zinn in der zugeschmolzenen Retorte keine Gewichtsänderung eintritt, daß aber nach dem Öffnen unter Einströmen von Luft eine Gewichtszunahme nachweisbar ist, durch die Verbrennung von Phosphor in wenigen Minuten in der Vorlesung vorzuführen, ist folgende Abänderung des von A. W. Hofmann²⁾ seinerzeit angegebenen Versuches deshalb zu empfehlen, weil die bei der Verbrennung des Phosphors in einem Zweiliterkolben plötzlich eintretende Drucksteigerung, welche mir einmal ein Bersten des Kolbens verursachte, ganz und gar vermieden wird. Zwei doppelt tubulierte Glasvorlagen (Fig. 1) von ungefähr je 1 l Inhalt werden mit einer 16 cm langen, wie angezeichnet, gebogenen Röhre aus durchsichtigem Quarz³⁾, deren innerer Durchmesser 16 mm beträgt, mit Kork verbunden. Eine Hahnröhre und ein 10 cm langes Quecksilber-Manometer sind in den die beiden anderen Öffnungen der Vorlagen luftdicht verschließenden Korken eingefügt.

Fig. 1.



In die Quarzröhre wird ungefähr $\frac{1}{2}$ g gelber Phosphor so eingeführt, daß er in die tiefste Stelle des Buges gelangt. Nun wird die ganze Vorrichtung mittels eines starken Drahtes am Haken des Wagebalkens aufgehängt und genau tariert. Erwärmt man die Quarzröhre unterhalb des Phosphors, so beginnt er mit sichtbarer Flamme zu brennen, die aber bald erlischt, jedoch durch abwechselndes flüchtiges Erwärmen der kugelförmigen Vorlagen wieder bemerkbar wird, wobei der weiße Rauch des Verbrennungsproduktes von einer Vorlage in die andere dringt.

¹⁾ Herm. Kopp, Die Entwicklung der Chemie in der neueren Zeit, S. 163 (München 1873, R. Oldenbourg).

²⁾ B. 15, 2659 [1882].

³⁾ Glasröhren springen immer. Die Quarzröhre hatte ich bei W. C. Heraeus in Hanau bestellt.

Man läßt erkalten, bis das Manometer, das anfänglich einen Überdruck anzeigte, endlich eine Luftverdünnung erkennen läßt. Das Gewicht des Apparates hat sich nicht geändert. Öffnet man nun den Hahn, so tritt Luft ein und die Wage gibt deutlich eine Gewichtszunahme an.

78. 1) Carl Bülow und Rich. Engler: Über Synthesen und Umwandlungen neuer Monoaryl-hydrazidin-carbonsäureester. — 2) Carl Bülow: Die oxydative Spaltung organischer Verbindungen, welche Hydrazon- und Hydrazidrazon-Gruppen enthalten, mittels Chlors.

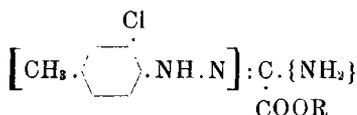
[Vereinigte Mitteilungen aus dem Chemischen Laboratorium der Universität Tübingen.]

(Eingegangen am 1. Februar 1919.)

In einer früheren Mitteilung haben Bülow und Engler¹⁾ neben anderem die Darstellung des Oxalsäuremonoester-[*o*-chlor-*p*-tolylhydrazon]-säure-{chlorid}:

$$[2\text{-Cl-4-CH}_3\text{.C}_6\text{H}_4\text{.NH.N}]:\text{C}\cdot\{\text{Cl}\}^*\text{COOC}_2\text{H}_5$$

und des ihm entsprechenden Oxalmonamids beschrieben. Wir haben jetzt diese ungemein reaktionsfähigen Verbindungen zur Gewinnung von Amidrazon-carbonsäureestern der Formel



benutzt, welche durch gemäßigte Einwirkung von alkoholischem Ammoniak auf das Chlorid in bester Ausbeute entstehen. Diese monoaryl-substituierten Hydrazidine oder Amidrazone mit freier Amidogruppe zeichnen sich dadurch aus, daß sie bei geeigneter Behandlung schön krystallisierende Salze bilden, die sich leicht mit schwach saurer Reaktion in Wasser lösen.

Läßt man NH_3 energischer auf unser »Chlorid« einwirken, dann wird auch die Estergruppe angegriffen, und Oxalmonoamid-[2-chlor-4-methyl-phenylhydrazon]-säure-{amid} gebildet. Zum gleichen Körper gelangt man, wenn man [*p*-Toluidin-azo]-acetessigester in [*p*-Toluidin-azo]-acetessigsäure-amid verwandelt, dies durch Behandlung mit Chlor in Oxalmonamid-[2-chlor-4-phenylhydrazon]-säure-{chlorid} über-

¹⁾ B. 51, 1246—70 [1918].