

umgehen sein. Eine Bildung der *N*-Oxy-isatin-Derivate durch innere Oxydation und Reduktion ist auch nicht wahrscheinlich, da ein nebenbei auftretendes Reduktionsprodukt nicht beobachtet worden ist. Im einzigen Falle, nämlich bei der Einwirkung von Alkali auf das Doppelsalz, bei welchem Dioxindol erhalten wurde, verläuft die Reaktion so uneinheitlich, daß nichts Bestimmtes gefolgert werden kann.

Ich möchte noch folgenden Versuch anführen, der von Georg Reichardt ausgeführt worden ist: 5 g salzsaures Salz wurden in die 30-fache Menge absol. Alkohols eingetragen und Salzsäuregas bis zur Sättigung eingeleitet, dann im verschlossenen Gefäß auf 50° 1½ Stde. erwärmt. Nach 24 Stdn. wurde von nicht angegriffenem Salz abfiltriert und das Filtrat mit Wasser versetzt. Es schieden sich allmählich farblose Nadeln ab, die sich nach dem Umkrystallisieren aus Ligroin als Anthroxansäure-äthylester³⁾ erwiesen. Schmp. 64°. Ber. N 7.33, gef. 7.33. Beim Verdunsten der Lösung im Exsiccator krystallisierte zunächst Anthroxansäure-amid aus und bei weiterem Eindunsten unreines Isatin. Hier scheint also die Reaktion über den Imidoäther⁴⁾ verlaufen zu sein, und es wird durch diesen Versuch somit die Bestätigung der Nitril- als auch der Dihydroxylamingruppe beigebracht.

Es erscheint mir daher richtiger, an der von mir angenommenen Formel des salzsauren Salzes festzuhalten, wobei eine Annäherung an die Auffassung von Reißert und Hessert nur insofern möglich ist, als unter Berücksichtigung eines früheren Versuches⁵⁾ die eine Komponente Hydroxylamino-mandelsäureamid, die andere Dihydroxylamino-mandelsäurenitril sein könnte.

299. Hermann O. L. Fischer und Carl Taube: Über Dioxy-aceton (II) und eine neue Darstellung von Methyl-glyoxal.

[Aus d. Chem. Institut d. Universität Berlin.]

(Eingegangen am 14. August 1924.)

Vor kurzem¹⁾ konnten Mildbrand und der eine von uns zeigen, daß man das Dioxy-aceton in analysenreiner, monomolekularer Form leicht durch Hochvakuum-Destillation des dimolekularen Dioxy-acetons von Bertrand darstellen kann. Wir haben, von diesem reinen Präparat ausgehend, eine Reihe von neuen Derivaten hergestellt, nämlich sein Methyl-cycloacetal, die Acetyl- und Toluolsulfoverbindung des Äthyl-cycloacetals, das Benzhydrazon²⁾ und *p*-Nitrophenyl-hydrazon des Dioxy-acetons und das *p*-Nitrophenyl-hydrazon des Diacetyl-dioxyacetons.

Weiter haben wir unsere reine Triose, die nach der Destillation und dem Umkrystallisieren aus Alkohol kaum Hexosen enthalten kann, der Gärung mit verschiedenen Hefesorten unterworfen. Gewöhnliche Bäckerhefe und eine vom Institut für Gärungsgewerbe in Berlin bezogene untergärige Bierhefe blieben ohne Wirkung, dagegen haben wir mit frischer untergäriger Bierhefe der Schultheiß-Patzenhofer-Brauerei in Berlin eine

³⁾ B. 44, 2421 [1911].

⁴⁾ Die gleichzeitige Bildung von Säureamid bei dieser Reaktion ist wiederholt beobachtet worden; vergl. B. 39, 2337 [1906], 44, 2898 [1911].

⁵⁾ B. 41, 376 [1908].

¹⁾ B. 57, 707 [1924]. ²⁾ vergl. Pinkus, B. 31, 35 [1898].

2-proz. Dioxy-aceton-Lösung im Laufe von 36 Stdn. bei 23–24° zu 80% vergären können, wobei die Gärung bereits nach 1/2 Stde. deutlich eintritt.

Es scheint, daß die oft widersprechenden Befunde verschiedener Forscher³⁾ über die Gärfähigkeit des Dioxy-acetons sich durch die verschiedene Beschaffenheit der einzelnen Hefen erklären. Unser eindeutiger Befund läßt sich nicht in Einklang bringen mit der Ansicht von Oppenheimer, der in der kürzlich erschienenen dritten Auflage seines schönen Buches „Die Fermente und ihre Wirkungen“, Bd. I S. 33, schreibt, daß die bisher darstellbaren Triosen als solche nicht gären können, sondern nur in dem Maße, als sie sich spontan in Hexosen umwandeln können. Denn es scheint uns unwahrscheinlich, daß aus Dioxy-aceton sich unter der milden Bedingung der Gärung eine Hexose in erheblicher Menge bilden soll, die dann ihrerseits der Träger der Gärung wird.

Ferner ist es uns gelungen, durch Destillation des Dioxy-acetons mit Phosphorpentoxyd unter bestimmten Bedingungen reines Methyl-glyoxal in Substanz in einer Ausbeute bis zu 80% zu gewinnen. Dieser Körper war bisher äußerst schwer zugänglich. In Substanz, jedoch in sehr geringer Menge, konnte er von Harries und Türk⁴⁾ durch Spaltung des Mesityloxyds-ozonids erhalten werden. Diesen beiden Forschern sind auch die ersten genaueren Angaben über die Eigenschaften des interessanten Keto-aldehyds zu danken, während sein Entdecker v. Pechmann⁵⁾ offenbar nur eine sehr verdünnte wäßrige Lösung des Körpers in Händen hatte, und auch Pinkus⁶⁾, der Dioxy-aceton mit verd. Schwefelsäure destillierte, nur eine solche verdünnte wäßrige Lösung von Methyl-glyoxal erhielt.

Wir konnten nach unserem Verfahren reichliche Mengen reinen Methyl-glyoxals darstellen und können die älteren Angaben über seine Eigenschaften wie folgt ergänzen: In Dampfform hat Methyl-glyoxal gelbgrüne Farbe und einfaches Molekulargewicht (Dampfdichte-Bestimmung nach Victor Meyer). Bei Zimmertemperatur stellt es eine tiefdunkelgrün gefärbte Flüssigkeit dar, die frisch bereitet doppeltes Molekulargewicht zeigt (Gefrierpunkts-Depression nach Beckmann in Bromoform bestimmt). Danach hat der flüssige Keto-aldehyd nicht, wie Harries und Temme⁷⁾ angeben, einfaches Molekulargewicht.

Flüssiges Methyl-glyoxal polymerisiert sich bei Zimmertemperatur rasch zu einer amorphen glasigen Masse von unbekanntem Molekulargewicht. Eine Molekulargewichts-Bestimmung nach der Gefrierpunkts-Methode gelang nicht, da sich die amorphe Substanz in Bromoform kolloidal löste. Durch Erwärmen auf ca. 50° geht diese polymere Masse wieder in die dimolekulare Flüssigkeit, bzw. in den monomolekularen Dampf über. Einen Siedepunkt können wir wegen der Polymerisationserscheinungen nicht angeben. Das spezifische Gewicht der frisch hergestellten dimolekularen Flüssigkeit ist 1.0455 bei 24°. Schon nach einigen Minuten tritt im Pyknometer eine erhebliche Kontraktion der Substanz ein, die sich bis zur völligen Polymerisation fortsetzt. Die Refraktion der Flüssigkeit wurde im Abbéschen Refraktometer untersucht, die frisch bereitete Substanz veränderte dabei ihren

³⁾ Piloty, B. **30**, 3166 [1897]; Emmerling, B. **32**, 543 [1899]; Buchner und Meisenheimer, B. **43**, 1778 [1910]; v. Lebedew, B. **44**, 2935 [1911]; Harden und Young, Bio. Z. **40**, 466 [1912]; Neuberg und Mitarbeiter, Bio. Z. **83**, 255 [1917] u. a. a. O.

⁴⁾ B. **38**, 1630 [1905]. ⁵⁾ B. **20**, 2543 [1887]. ⁶⁾ loc. cit. ⁷⁾ B. **40**, 172 [1907].

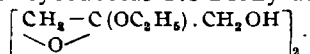
Brechungsindex n_D^{23} , von 1.3951 bis 1.4733 in kurzer Zeit (vergl. Tabelle im Versuchsteil). Die Farbe der Flamme ist fahlblau und ähnelt der des Arsenwasserstoffs. Der Geruch, der auch bei älteren Präparaten von Dioxy-aceton auftritt, ist stechend und verursacht starken Kopfschmerz.

Zur näheren Charakterisierung haben wir das schon bekannte Phenyl-osazon⁸⁾ und Methyl-chinoxalin⁹⁾ dargestellt. Neu bereitet haben wir durch Einwirkung von *ortho*-Ameisensäure-ester und Ammoniumchlorid ein Tetraäthylacetal, das sich von Harries'¹⁰⁾ Diäthylacetal scharf unterscheidet, und ein Dihydraxon, sowie ein *p*-Nitrophenyl-osazon (Schmp. 230—231° aus Pyridin). Endlich haben wir durch Einwirkung von Cyankalium und chlorkohlensaurem Methyl ein zweifach carbomethoxyliertes Dicyanhydrin des Methyl-glyoxals erhalten, das sich zum Diamid einer noch unbekanntes Methyl-weinsäure verseifen läßt. Wir hoffen, demnächst auch über diese Methyl-weinsäure berichten zu können, wie wir überhaupt die Arbeit fortzusetzen gedenken und u. a. auch die Gärfähigkeit des Methyl-glyoxals näher untersuchen wollen.

Es ist uns eine angenehme Pflicht, den Farbwerken vorm. Meister, Lucius & Brüning in Höchst am Main für die gütige Stiftung eines Quantums Dioxy-aceton und dem Kaiser-Wilhelm-Institut für Arbeitsphysiologie in Berlin für die freundliche Überlassung von Arbeitsplätzen während der Ferienzeit herzlich zu danken.

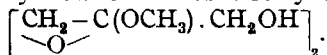
Beschreibung der Versuche.

Äthyl-clycoacetal des Dioxy-acetons,



Die schlecht stimmende Äthoxyl-Bestimmung¹¹⁾ dieser Substanz nach Zeisel wurde wiederholt: 0.1782 g Sbst.: 0.3389 g AgJ. — $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_3$. Ber. Äthoxyl 38.14. Gef. Äthoxyl 36.50.

Methyl-cycloacetal des Dioxy-acetons,



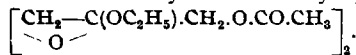
5 g frisch destilliertes Dioxy-aceton werden in 15 ccm absol. Methylalkohol gelöst, mit einer Lösung von 14 g *ortho*-ameisensaurem Methyl und 0.25 g Ammoniumchlorid in 15 ccm absol. Methylalkohol versetzt und 5 Tage bei Zimmertemperatur stehen gelassen. Darauf schüttelt man mit Bleioxyd, filtriert, dampft im Vakuum und schließlich im Hochvakuum ein und reibt den öligen Rückstand mit essigsäurem Methyl an. Nach längerem Stehen an der Luft kristallisieren längliche Prismen. Schmp. 90—91°. Ausbeute 0.75 g.

0.1329 g Sbst.: 0.2220 g CO_2 , 0.0930 g H_2O .

$\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_3$ (104). Ber. C 46.13, H 7.75. Gef. C 45.60, H 7.83.

Die Substanz ist sehr leicht löslich in Wasser, Methyl- und Äthylalkohol, ziemlich leicht löslich in Essigester, etwas schwerer in Äther und Bromoform.

Acetylderivat des Dioxyaceton-Äthylcycloacetals,



4 g Äthyl-cycloacetal werden in einem Gemisch von je 5 ccm Essigsäure-anhydrid und Pyridin gelöst und 12 Stdn. bei Zimmertemperatur stehen gelassen. Darauf dampft

⁸⁾ v. Pechmann, loc. cit. ⁹⁾ Böttcher, B. 46, 3084 [1913].

¹⁰⁾ Harries, loc. cit. ¹¹⁾ B. 57, 710 [1924].

man im Vakuum ein und krystallisiert den erstarrten Rückstand aus absol. Alkohol um. Große, rhombische Tafeln, leicht löslich in Äther, Alkohol und Benzol, schwer in Wasser und Petroläther. Schmp. 109—110°.

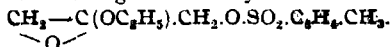
0.1091 g Subst.: 0.2086 g CO₂, 0.0686 g H₂O.

C₇H₁₂O₄ (160). Ber. C 52.55, H 7.56. Gef. C 52.15, H 7.04.

Das Molekulargewicht der Substanz wurde in Bromoform bestimmt.

M = 143 × (100 × 0.1371)/(42.45 × 0.130) = 355. — (C₇H₁₂O₄)₂. Ber. M = 320.

p-Toluolsulfoverbindung des Dioxyaceton-Äthylcycloacetals,

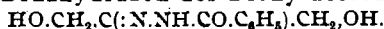


0.5 g Äthyl-cycloacetal werden in 0.4 g Pyridin gelöst und langsam mit 0.9 g Toluol-sulfochlorid unter starker Kühlung versetzt. Die Masse erwärmt sich leicht und erstarrt in kurzer Zeit. Man gibt 5 ccm trockenes Chloroform hinzu und läßt über Nacht stehen. Darauf wird mit Eis versetzt, mit 2 ccm verd. Schwefelsäure geschüttelt, das Chloroform mit Natriumsulfat getrocknet und auf dem Wasserbade abgedampft. Der Rückstand erstarrt alsbald krystallinisch und wird nochmals aus absol. Alkohol umkrystallisiert. Schmp. 117—118° (unt. Zers.). Leicht löslich in Benzol, Äther und Alkohol, schwer in Wasser.

0.1134 g Subst.: 0.2558 g CO₂, 0.0660 g H₂O.

C₁₂H₁₆O₈S (272). Ber. C 52.90, H 5.92. Gef. C 52.30, H 5.54.

Benzhydrazon des Dioxy-acetons,



0.9 g Dioxy-aceton werden in eine Lösung von 1.2 g Benzhydrazid in 10 ccm 25-proz. Essigsäure rasch eingetragen, sie lösen sich, und die alsbald ausfallenden Krystalle werden nach etwa 10 Min. abgesaugt. Man krystallisiert aus Alkohol um. Schmp. 133°. Schwer löslich in Wasser, Benzol, Äther und Essigester, leicht in Alkohol und Eisessig. Beim Behandeln mit Säuren oder Alkalien verwandelt sich die Substanz leicht in einen Körper vom Schmp. 243°, welcher in Alkohol fast unlöslich ist und bei der Analyse höhere Kohlenstoffwerte gibt (C 64.50%, H 4.98%). Das oben genannte Benzhydrazon entsteht auch bei der Benzoylierung des normalen Dioxyaceton-hydrazons nach Schotten-Baumann.

0.1064 g Subst.: 0.2230 g CO₂, 0.0621 g H₂O. — 0.1076 g Subst.: 12.6 ccm N (24°, 759 mm).

C₁₀H₁₂O₃N₂ (208). Ber. C 57.70, H 5.82, N 13.47. Gef. C 57.16, H 6.53, N 13.16.

Stickstoff-Bestimmung des Benzoyl-hydrazons, das durch Benzoylierung aus dem normalen Hydrazon erhalten wurde.

4.731 mg Subst.: 0.564 ccm N (24°, 754 mm). — Ber. N 13.47. Gef. N 13.33.

p-Nitrophenyl-hydrazon des Dioxy-acetons,



0.2 g destilliertes Dioxy-aceton werden in 5 ccm Wasser gelöst und mit einer Lösung von 0.3 g *p*-Nitrophenyl-hydrazin in 15 ccm 50-proz. Essigsäure versetzt. Es scheiden sich reichliche Mengen von feinen, gelben Nadelchen ab. Man saugt ab, wäscht mit wenig Essigsäure und Alkohol und trocknet im Exsiccator über P₂O₅. Schmp. 156°, läßt sich aus Alkohol umkrystallisieren. Schwer löslich in Wasser, leicht in Alkohol und Pyridin. Ausbeute 0.35 g.

0.1082 g Subst.: 0.1898 g CO₂, 0.0518 g H₂O. — 0.1023 g Subst.: 16.6 ccm N (21°, 761 mm).

C₉H₁₁O₄N₃ (225). Ber. C 48.00, H 4.93, N 18.67. Gef. C 47.84, H 5.36, N 18.52.

p-Nitrophenyl-hydrazon des Diacetyl-dioxyacetons.

0.35 g Diacetyl-dioxyaceton werden in wenig Alkohol gelöst und mit 0.3 g *p*-Nitrophenyl-hydrazin in 15 ccm 50-proz. Essigsäure versetzt. Nach 10 Min. verdünnt man bis zur bleibenden Trübung mit Wasser und läßt 1/2 Stde. bei Zimmertemperatur zur Krystallisation stehen, saugt ab und krystallisiert aus Alkohol um. Glitzernde, längliche Blättchen. Schmp. 138°. Leicht löslich in Alkohol und Benzol, schwer in Wasser.

0.1029 g Sbst.: 0.1891 g CO₂, 0.0476 g H₂O. — 0.1644 g Sbst.: 19.2 ccm N (20°, 765 mm).

C₁₃H₁₆O₄N₃ (309). Ber. C 50.48, H 4.89, N 13.60. Gef. C 50.12, H 5.17, N 13.46.

Methyl-glyoxal, CH₃.CO.CHO, aus Dioxy-aceton.

5 g Dioxy-aceton werden in einem Rundkolben mit kurzem, breitem Hals mit ungefähr 15 g Phosphorperoxyd gut gemischt und im Vakuum destilliert. Als Vorlage dient ein langes Saugglas, das durch flüssige Luft gekühlt wird. Die Destillation geht nach kurzem Anwärmen mit der freien Flamme von selber zu Ende, wobei gelbgrün gefärbtes monomolekulares Methyl-glyoxal übergeht und in der Vorlage zu einer glasigen Masse erstarrt. Ausbeute 4 g. Das Methyl-glyoxal stellt frisch destilliert bei Zimmertemperatur eine tiefgrün gefärbte, leicht bewegliche Flüssigkeit von äußerst scharfem Geruch dar. Nach einigen Minuten beginnt Polymerisation unter Dickwerden der Flüssigkeit, die nach einigen Stunden zu einer spröden, harzähnlichen Masse führt. Das frische Methyl-glyoxal ist unter Entfärbung und gleichzeitiger spontaner Erwärmung beliebig löslich in Wasser und Alkohol, ebenso löslich, jedoch unter Erhaltung der Farbe, in hydroxylfreien organischen Lösungsmitteln.

Das spez. Gewicht des frischen Methyl-glyoxals ist 1.0455 bei 24°. Es ist jedoch wegen der alsbald einsetzenden Polymerisation nur schwer bestimmbar.

0.0516, 0.1196 g Sbst.: 0.0950, 0.2149 g CO₂, 0.0267, 0.0620 g H₂O.

C₃H₄O₂ (72). Ber. C 50.00, H 5.60. Gef. C 50.21, 49.01, H 5.79, 5.80.

Dampfdichte-Bestimmung nach Victor Meyer:

0.0832 g Sbst.: 30.9 ccm (22°, 752 mm). — 0.0494 g Sbst.: 14.3 ccm (18°, 759 mm).

C₃H₄O₂. Ber. M 72.0. Gef. M 67.7, 82.8.

Bei der Molekulargewichts-Bestimmung des flüssigen Methyl-glyoxals in Bromoform wurde Wert auf möglichste Geschwindigkeit gelegt. Es gelang eine Bestimmung, bei der 15 Min. vom Herausnehmen der Substanz aus der flüssigen Luft bis zur Ablesung der Depression verstrichen, und eine zweite, bei der dieser Zeitraum nur 9 Min. betrug.

$$M = 143 \times (100 \times 0.4573) / (36.345 \times 1.119) = 159.$$

$$M = 143 \times (100 \times 0.1100) / (45.398 \times 0.284) = 122.$$

(C₃H₄O₂)₂. Ber. M 144. Gef. M 159, 122.

Zur Bestimmung der Refraktion wurde ebenfalls möglichst frisches Methyl-glyoxal verwendet, und die nachstehende Tabelle gibt ein Bild von der raschen Veränderung des Brechungsindex infolge der fortschreitenden Polymerisation. Der erreichte Endwert von 1.4733 war bei verschiedenen Präparaten stets derselbe.

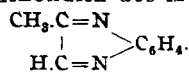
$$0^h 00^m - n_D^{23} 1.3951 \quad 0^h 33^m - n_D^{23} 1.4618$$

$$0^h 02^m - \quad \quad \quad 1^h 54^m - \quad \quad \quad 1.4733$$

$$0^h 04^m - \quad \quad \quad 1.4125$$

Das Phenyl-osazon des Methyl-glyoxals wurde in der üblichen Weise mit essigsauerm Phenyl-hydrazin hergestellt und gab richtige Analysenzahlen und den bekannten Schmp. 145°.

Monomethyl-chinoxalin des Methyl-glyoxals,

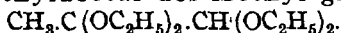


2 g Methyl-glyoxal werden in 10 ccm Alkohol gelöst und mit einer warmen Lösung von 3 g *o*-Phenylendiamin in 20 ccm Alkohol versetzt und 15 Min. auf dem Wasserbad erwärmt. Man versetzt darauf mit viel Wasser, äthert aus, trocknet, dampft ein und destilliert. Bei 242° geht das Methyl-chinoxalin als rotgelbes, charakteristisch riechendes Öl über. Ausbeute 2.5 g.

0.2301 g Sbst.: 39.5 ccm N (21°, 762 mm).

$C_9H_8N_2$ (144). Ber. N 19.4. Gef. N 19.6.

Tetraäthylacetal des Methyl-glyoxals,



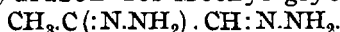
5 g Methyl-glyoxal werden in 10 ccm absol. Alkohol gelöst, mit 8.5 ccm *ortho*-ameisensaurem Äthyl und einer Lösung von 0.25 g Ammoniumchlorid in 10 ccm absol. Alkohol versetzt. Nach 3 Tagen wird im Vakuum fraktioniert und der Anteil von 90—100° bei 30 mm Druck bei gewöhnlichem Druck noch einmal destilliert. Bei 192° und 760 mm geht ein farbloses, fruchtätherartig riechendes Öl über. Ausbeute 2 g.

0.2868 g Sbst.: 6.6233 g CO₂, 0.2724 g H₂O.

$C_{11}H_{24}O_4$ (220). Ber. C 60.00, H 10.9. Gef. C 59.3, H 10.6.

Bei der Äthoxyl-Bestimmung nach Zeisel gaben 0.4009 g Sbst. 1.6950 g AgJ.
Ber. Äthoxyl 81.82. Gef. Äthoxyl 81.22.

Dihydrazon des Methyl-glyoxals,

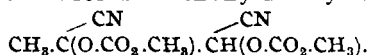


3 g Methyl-glyoxal werden in wenig Wasser gelöst und mit einem Überschuß (5 g) Hydrazinhydrat versetzt. Die klare Lösung wird im Vakuum-Exsiccator über Schwefelsäure eingedunstet und der eisblumenartig krystallisierte Rückstand aus wenig Alkohol umkrystallisiert. Umkrystallisiert bildet die Substanz zu Gruppen vereinigte Pyramiden vom Schmp. 93—94°, leicht löslich in Wasser und Alkohol, schwer in Chloroform und Benzol. Die farblose Substanz wird beim Aufbewahren gelblich.

0.1552 g Sbst.: 0.2013 g CO₂, 0.1088 g H₂O. — 0.1054 g Sbst.: 51.3 ccm N (22°, 762 mm).

$C_3H_6N_4$ (100). Ber. C 36.00, H 8.00, N 56.00. Gef. C 35.37, H 7.84, N 55.35.

Dinitril der Dicarboxymethoxy-methyl-weinsäure,

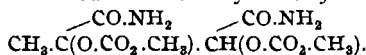


2 g Methyl-glyoxal werden in wenig kaltem Wasser gelöst und mit 4.7 g chlorkohlensaurem Methyl und einer konz. wäßrigen Lösung von 4 g Cyankalium unter starker Kühlung geschüttelt. Es entsteht ein schwach gefärbtes Öl, das mit Äther aufgenommen wird. Der Äther wird mit Wasser gewaschen, getrocknet und verdampft. Das zurückbleibende Öl wird in Alkohol gelöst und mit Wasser gefällt, abermals mit Äther aufgenommen, der Äther getrocknet, verdampft und der Rückstand im Hochvakuum fraktioniert. Bei 0.6 mm Druck und 100° Badtemperatur geht ein zähes, fast farbloses Öl über, das nicht zur Krystallisation zu bringen war. Ausbeute 1.2 g.

0.1221 g Sbst.: 0.1986 g CO₂, 0.0484 g H₂O. — 0.1286 g Sbst.: 12.50 ccm N (23°, 759 mm).

$C_9H_{10}O_6N_2$ (242). Ber. C 44.50, H 4.10, N 11.60. — Gef. C 44.36, H 4.43, N 10.96.

Diamid der Dicarboxymethoxy-methyl-weinsäure,



3 g Dinitril werden in 15 ccm bei —5° gesättigter Salzsäure 2 Stdn. geschüttelt, die Salzsäure zum Teil im Vakuum verjagt und die Lösung mit dem gleichen Volumen Wasser versetzt. Es krystallisiert nach einiger Zeit das Diamid vom Schmp. 192° aus. Ausbeute 1.2 g. Schwer löslich in allen Lösungsmitteln, leicht löslich in $\frac{1}{2}$ -n. Natronlauge. Aus Wasser läßt sich die Substanz umkrystallisieren.

3.309 mg Sbst.: 0.333 ccm N (25°, 752 mm).

$C_9H_{14}O_8N_2$ (278). Ber. N 10.07. Gef. N 11.17.