

Beim Erwärmen mit konz. Schwefelsäure zersetzt sich die Verbindung unter Bildung von Oxalsäure. Wir erhitzten nach Bunsen ein wenig $C_5H_5O_3N_3$ in einem kleinen Reagensglas mit konz. Schwefelsäure bis zu lebhafter Gasentwicklung, stülpten dann, nachdem die Luft verdrängt war, das mit dem Daumen zugehaltene Röhrchen in verd. Natronlauge und schüttelten es unter Konstanthaltung des Druckes. Dabei wurde die Hälfte des Gasvolumens (CO_2) verschluckt, die andere Hälfte (CO) blieb unverschluckt und brannte mit bläulicher Flamme.

Zur Darstellung der Verbindung $C_5H_5O_3N_3$ wurden 2 g Aminotetramid in 8 ccm Wasser gelöst, 10 g Brom und danach 10 g 50-proz. Kalilauge unter Eiskühlung und gutem Umschütteln zugegeben. Dabei schlägt die zuerst rotbraune Farbe der Flüssigkeit zuletzt in Hellgelb um. Nach 2 Tagen wird der Niederschlag (20–30 Gew.-%) abgesaugt, in heißem Wasser gelöst, die Lösung filtriert, mit einigen ccm 10-proz. Natronlauge versetzt und mit Kohlendioxyd gesättigt. Es scheidet sich das Natriumsalz der Verbindung aus, das man mit Salzsäure erwärmt, wobei es zu einem weißen Pulver zerfällt; dieses besteht aus dem gereinigten Natriumsalz. Das Ammoniumsalz ist wie das reinweiße Kaliumsalz in kaltem Wasser ziemlich schwer löslich. Das Natriumsalz ist auch in heißem Wasser schwer löslich. Aus seiner Lösung in heißem Wasser entsteht mit Silbernitrat das farblose Silbersalz, das sich aus heißem Wasser gut umkristallisieren läßt und nach dem Trocknen bei 105° annähernd stimmende Werte gibt.

$C_5H_5O_3N_3Ag$ (260.0) Ber. C 23.10 H 0.77 N 16.17 Ag 41.50

Gef. C 21.9 H 1.37 N 15.9 Ag 38.95.

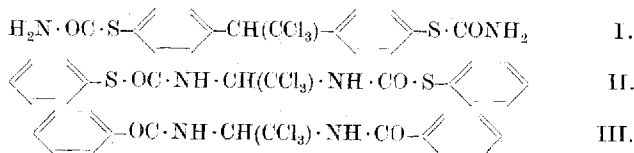
Aus einer Aufschlammung des Silbersalzes in Wasser erhält man mit Schwefelwasserstoff eine Lösung der freien Säure. Die freie Säure ist in heißem Wasser ziemlich leicht löslich und scheidet sich daraus beim Erkalten in farblosen, kristallwasserhaltigen Prismen aus. Sie verliert das Kristallwasser bei 110° und verkohlt bei höherer Temperatur. Die Säure oder ihr Natrium- oder Kaliumsalz lösen sich ohne Aufbrausen (Unterschied von Harnsäure) in Salpetersäure; die Lösung in Natriumcarbonat-Lösung gibt auf mit Silbernitrat getränktem Filtrierpapier keine Schwarzfärbung (Unterschied von Harnsäure). Die Säure verliert bei 105° 19.25% Wasser; sie reduziert Goldchlorid-Lösung beim Kochen. Natriumnitrit-Lösung erzeugt in neutraler Lösung einen Niederschlag, der sich in der Hitze löst und in der Kälte auskristallisiert.

Farbreaktion der Säure: Man dampft die Säure oder eines ihrer Salze auf dem siedenden Wasserbad mit verdünnter Salpetersäure zur Trockne und hält noch einige Zeit bei dieser Temperatur. Wäßriges oder gasförmiges Ammoniak erzeugt dann sofort wie bei Harnsäure eine purpurrote Lösung bzw. Färbung.

49. Theodor Wagner-Jauregg, Hermann Vonderbank und Herbert Witzel: Bemerkung zu unserer Arbeit „Über die Umsetzung von Chloral mit Phenylrhodanid“*).

(Eingegangen aus Frankfurt a. M. am 19. März 1949.)

Die Konstitution des bei der Umsetzung von Chloral mit Phenylrhodanid entstehenden Reaktionsproduktes wurde gemäß Formel I angenommen. Wir sind nunmehr der Meinung, daß sich das chemische Verhalten der Verbindung besser durch die Formulierung II erklären läßt. Diese entspricht auch einer analogen Konstitutionsformel für das Produkt aus Chloral und Phenyleyanid (III)¹⁾:



*) B. 81, 417 [1948]. ¹⁾ R. F. Blatt u. D. Woodcock, Journ. chem. Soc. London 1948, 2322.