Schmilzt man Phtalsäureanhydrid mit Leucin zusammen, so entweicht ebenfalls Wasser, doch macht sich gleichzeitig der Geruch nach Amylamin bemerklich; das Produkt schmilzt unter kochendem Wasser zu einem dicken Oel, welches in Wasser nur sehr wenig löslich zu sein scheint, und allmählich krystallinisch erstarrt; aus der überstehenden Flüssigkeit setzen sich nach längerem Stehen schöne Büschel aus haarfeinen Nadeln ab.

Taurin löst sich nicht in siedendem Phtalsäureanhydrid.

Die beschriebene Reaction zwischen Phtalsäureanhydrid und Glycocoll ist vielleicht eine allgemeine, wenigstens löst sich Glycocoll unter ganz ähnlichen Erscheinungen auch in geschmolzenem Bernsteinsäureanhydrid. Die Produkte sind aber leichter löslich und deshalb schwieriger rein darzustellen. Die Versuche sollen in der angedeuteten Richtung fortgesetzt werden; namentlich auch mit Sarkosin, welches

entweder eine zweibasische Säure: N $\begin{cases} \text{CH}_2 \cdot \text{CO}_2\text{H} \\ \text{CO} \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{CO}_2\text{H}, \text{ oder} \\ \text{CH}_3 \end{cases}$

unter Abgabe von Methylalkohol Phtalursäure geben kann.

Leipzig, im März 1883.

Kleine Mittheilungen;

von

Demselben.

1. Methode zur Anstellung von Versuchen in zugeschmolzenen Röhren im Kleinen.

Versuche in zugeschmolzenen Röhren von den gebräuchlichen Dimensionen erfordern viel Material, welches häufig genug durch Explosionen ganz verloren geht; es dürfte daher nicht ganz ungerechtfertigt erscheinen, eine Methode mitzutheilen, welche gestattet, die Versuche mit wenigen Milligrammen anzustellen, den Verlauf der Reaction genau zu

beobachten und die Gefahr einer Explosion auf ein Minimum zu verringern. Man erreicht diese Vortheile, indem man als Einschmelzrohr eine gewöhnliche Gasleitungsröhre von etwa 3—4 Mm. lichter Weite und 1 Mm. oder mehr Wandstärke benutzt. Die Röhre wird an einem Ende zugeschmolzen, nach dem Erkalten beschickt und nunmehr zu einer sehr langen, dickwandigen Capillare ausgezogen; die eigentliche Rohrlänge soll nach dem Ausziehen nicht mehr als 5—6 Cm. betragen, der Capillare giebt man dagegen eine Länge von 10—15 Cm. Zum Erhitzen setzt man das fertige Rohr in ein etwas weites und langes Proberöhrchen mittelst eines der Länge nach in der Mitte durchschnittenen, schlecht schliessenden Korkstopfens fest ein, sodass das untere Ende etwa 1—1,5 Cm. vom Boden des Proberöhrchens entfernt bleibt; in letzteres giebt man eine je nach der gewünschten Temperatur zu wählende Flüssigkeit in solcher Menge, dass das Versuchsröhrchen etwa zur Hälfte hineintaucht, und erhitzt dieselbe zum Kochen, wobei man die Flamme so regulirt, dass das ganze Versuchsröhrchen und ein Stück der Capillare von den Dämpfen umspült werden, ohne dass jedoch letztere den Kork berühren könnten. Das Ganze stellt man zweckmässig unter einen Abzug und lässt dessen Fenster herunter.

Man kann nun den Verlauf der Reaction ganz genau beobachten, ob und bei welcher Temperatur dieselbe eintritt, ob eine Bräunung oder eine Gasentwicklung etc. stattfindet, und da gewöhnliche Gasleitungsröhren erfahrungsgemäss einen ganz bedeutenden Druck aushalten, so hat man kaum eine Explosion zu fürchten, selbst nicht beim Erhitzen im Schwefeldampfe. Sollte aber dennoch eine solche eintreten, so sind die Folgen derselben ganz unbedeutend, da eben nur das grössere Proberöhrchen zerschlagen wird und der Verlust an Material ein kaum nennenswerther ist. Hat man sich aber durch solche Versuche im Kleinen erst über den Verlauf der Reaction orientirt, so ist es natürlich hernach viel leichter, für Versuche in grösserem Maassstabe die erforderlichen Vorkehrungen zu treffen.

---

2. Ueber die Anwendung von Phosphorsäure anstatt Schwefelsäure bei der Pettenkofer'schen Reaction auf Gallensäuren.

Vor einiger Zeit hatte ich angegeben, dass man bei Anstellung der Pettenkofer'schen Reaction auf Gallensäuren zweckmässiger syrupdicke Phosphorsäure anstatt der concentrirten Schwefelsäure anwende. In Nr. 43 der Chemikerzeitung vom vorigen Jahre findet sich nun eine Mittheilung von F. Becker, dass ihm die Reaction in dieser Abänderung nicht gelungen sei. Die Ursache dieses Misslingens kann nach meinen Erfahrungen eine doppelte sein: die Rothfärbung tritt nämlich nicht ein, wenn man zuviel Phosphorsäure oder auch zu concentrirte anwendet. Sicher gelingt dieselbe, wenn man die zu prüfende feste Substanz (z. B. ein winziges Körnchen cholalsaures Natron) nebst einer Spur Rohrzucker in ganz wenig (1—3 Tropfen) einer Mischung von 5 Vol. käuflicher syrupdicker Phosphorsäure mit 1 Vol. Wasser löst; erwärmt man jetzt das Ganze durch Eintauchen in kochendes Wasser, so stellt sich in kürzester Frist die schöne Rothfärbung ein, falls Gallensäuren zugegen sind.

Einfache Darstellungsweise von Phenetol.

Vor einer Reihe von Jahren ist in meinem Laboratorium versucht, Anisol und Phenetol durch Erhitzen concentrirter wässriger Lösungen von methyl- resp. äthylätherschwefelsaurem Alkalisalz und Phenolnatrium in einer Retorte mit aufrecht stehendem Kühler darzustellen. Dies Verfahren gab reichliche Ausbeute. Dasselbe ist meines Wissens nicht veröffentlicht ausser durch Prof. v. Meyer in seinem ausführlichen Lehr- und Handbuche der organischen Chemie Bd. II, S. 453, und neuerdings von mir in meinem kurzen Lehrbuche der organischen Chemie S. 389.

Es bedarf zu dieser Darstellung des reinen ätherschwefelsauren Salzes nicht. Man gewinnt gleiche Ausbeute auf folgende Weise:

Rohe Aetherschwefelsäure, wie man sie durch rasches Mischen gleicher Volume concentrirter Schwefelsäure und