	Berechnet für $C_4H_6N_4O_2$	Gefunden			
		I.	II.	III.	IV.
C	33,80	33,47	33,33	—	—
H	4,23	4,44	4,32	—	—
N	39,43	—	—	38,77	38,77

Da die von den beiden bekannten Krystallarten des Glycoulils, kleinen Octaëdern und spiessigen Nadeln, ganz abweichende Form auch beim Umkrystallisiren aus heissem Wasser erhalten blieb, so wurde zunächst das Vorliegen eines Isomeren angenommen. Diese Vermuthung musste jedoch aufgegeben werden, als eine vergleichende Löslichkeitsbestimmung genaue Uebereinstimmung ergab. Da nunmehr drei verschiedene Formen des Glycoulils von gleicher Löslichkeit bekannt sind, muss man annehmen, dass sehr geringe Mengen von Verunreinigungen die Wachsthumsgeschwindigkeit der Glycoulilkrystalle nach verschiedenen Richtungen sehr stark zu beeinflussen vermögen.

II. Nachtrag zu der Abhandlung: Ueber die Condensation von Isodialursäure mit Thioharnstoff; von *Richard Bartling*.

(Mitgetheilt von *Robert Behrend*.)

Durch Oxydation eines aus Isodialursäure und Thioharnstoff gewonnenen Condensationsproductes $C_{16}H_{26}N_{12}O_{11}S_3$ mit Salpetersäure hatte C. v. Vogel¹⁾ eine Verbindung $C_4H_5N_3O_5$ erhalten, deren Identität mit Dilitursäure, $C_4H_3N_3O_5$, bereits früher vermuthet wurde.

Eine erneute Untersuchung hat diese Vermuthung bestätigt; nur wurde bei der Darstellung des Körpers meist nicht freie Dilitursäure, sondern Ammonsalz gewonnen und nur einmal ein Präparat, dessen Zusammensetzung zwischen derjenigen der freien Säure und der des Ammonsalzes lag. Da die Oxydation des Condensationsproductes mit Salpetersäure

¹⁾ Diese Annalen **315**, 259.

sehr stürmisch verläuft und ein beträchtlicher Theil der Substanz völlig zerstört wird, so bietet das Auftreten von Ammoniak nichts Wunderbares und da das dilitursäure Ammon durch Salpetersäure nicht zerlegt wird, muss es natürlich als solches ausfallen. Andererseits kann es nicht auffallen, dass zuweilen als Hauptproduct freie Dilitursäure entsteht, wenn entweder die Zersetzung nicht bis zur Bildung von Ammoniak geht oder das entstandene Ammoniak durch die salpetrige Säure zerstört wird.

Bei einem nach v. Vogel's Angaben angestellten Versuche wurde zunächst ein Präparat erhalten, dessen Analyse folgende Zahlen gab:

- I. 0,2251 g gaben 0,1865 CO₂ und 0,0914 H₂O.
 II. 0,1993 g „ 0,1619 CO₂ „ 0,0801 H₂O.
 III. 0,2299 g „ 46,3 ccm feuchtes Stickgas bei 21° und 752,5 mm Druck.
 IV. 0,2016 g gaben 42,0 ccm feuchtes Stickgas bei 23° und 755 mm Druck.

	Berechnet für		Gefunden			
	Dilitursäure	diliturs. Ammon	I.	II.	III.	IV.
	$C_4H_3N_3O_5 + 3 H_2O$	$C_4H_6N_4O_5$				
C	21,15	25,26	22,59	22,15	—	—
H	3,91	3,18	4,53	4,50	—	—
N	18,50	29,47	—	—	22,73	23,25

Mit Kalilauge entwickelte das Präparat in der Kälte Ammoniak, nach mehrmaligem Umkrystallisiren aus heissem Wasser besass es die Zusammensetzung des dilitursäuren Ammons.

- I. 0,1570 g gaben 0,1444 CO₂ und 0,0515 H₂O.
 II. 0,1421 g „ 0,1329 CO₂ „ 0,0531 H₂O.
 III. 0,0941 g „ 23 ccm feuchtes Stickgas bei 14° und 764 mm Druck.

Ein neu dargestelltes Präparat gab, einmal umkrystallisirt, folgende Zahlen:

- IV. 0,1430 g gaben 0,1319 g CO₂ und 0,0519 H₂O.
 V. 0,1198 g „ 29,5 ccm feuchtes Stickgas bei 9° und 760 mm Druck.

	Berechnet für	Gefunden					
		I.	II.	III.	IV.	V.	v. Vogel im Mittel
	$C_4H_6N_4O_5$						
C	25,26	25,08	25,51	—	25,17	—	25,55
H	3,18	3,63	4,15	—	4,06	—	4,13
N	29,47	—	—	28,91	—	29,54	28,12

Bei allen Analysen wurde der Wasserstoffgehalt, oft auch der Kohlenstoffgehalt zu hoch, der Stickstoffgehalt meist zu niedrig gefunden. Es rührt dies daher, dass es auch bei der grössten Vorsicht kaum gelingt zu verhindern, dass Stickstoffoxyde unreducirt entweichen. In Anbetracht dieser Fehlerquelle stimmen auch die von v. Vogel mitgetheilten Analysen des Ammonsalzes seiner Säure hinlänglich auf die Formel des dilitursäuren Ammons.

Zur sicheren Identificirung wurde nach den Angaben v. Baeyer's²⁾ Dilitursäure bereitet und in das Ammonsalz übergeführt. Die krystallographische Untersuchung ergab keinen Unterschied der beiden Präparate. Beide stellten unter dem Mikroskope Prismen dar, welche unter einem Winkel von 138° (v. Vogel) und $133,4^{\circ}$ (v. Baeyer) abgeschnitten waren. Die Schiefe der Auslöschung gegen die Prismenkante wurde zu 32° (v. Vogel) und 29° (v. Baeyer) bestimmt.

Die Löslichkeit des Wasser von $25,6^{\circ}$ erwies sich ebenfalls als gleich.

Von dem Präparate von Vogel enthielten:

Nach 14 stündigem Schütteln 8,962 g Lösung 0,0083 g; 100 g Lösung 0,093 g.

Nach 22 stündigem Schütteln 9,99 g Lösung 0,0087 g; 100 g Lösung 0,087 g.

Von dem Präparate v. Baeyer enthielten:

Nach 14 stündigem Schütteln 9,82 g Lösung 0,0088 g; 100 g Lösung 0,0090 g.

Nach 22 stündigem Schütteln 9,91 g Lösung 0,0093 g; 100 g Lösung 0,0094 g.

Mit Ferrosulfatlösung gaben beide Präparate das von v. Baeyer³⁾ beschriebene Ferrosalz in Gestalt feiner, sehr schwer löslicher Nadelchen.

Weiter wurde das Barytsalz durch Fällung mit Baryumacetat dargestellt. Aus beiden Präparaten wurde es in feinen

²⁾ Diese Annalen **130**, 140.

³⁾ Diese Annalen **127**, 218.

Nadeln gewonnen, welche in heissem Wasser gelöst, auf Zusatz von Chlorbaryumlösung das charakteristische Doppelsalz⁴⁾ mit Chlorbaryum lieferten.

Die Krystalle des letzteren zeigten sehr regelmässige Prismenform, vereinzelt fanden sich gypsähnliche Zwillinge. Die Auslöschung lag bei beiden Präparaten parallel und senkrecht zur Prismenkante; im convergenten polarisirten Lichte zeigten beide ein Curvensystem ähnlich dem, wie es zweiaxige Krystalle senkrecht zur optischen Axe zeigen.

Das nach v. Vogel's Angaben gewonnene Präparat wurde analysirt.

0,1728 g gaben 0,1110 BaSO₄.

0,2142 g „ 0,0856 AgCl.

	Berechnet für	Gefunden
	C ₄ H ₅ N ₃ O ₅ BaCl + H ₂ O	
Ba	37,8	37,78
Cl	9,8	9,89

Hiernach ist nicht daran zu zweifeln, dass v. Vogel thatsächlich Dilitursäure in Händen gehabt hat.

Die von ihm mitgetheilten Analysen des bei 150° getrockneten Silbersalzes stimmen ebenso gut auf die Formel des dilitursäuren Silbers wie auf die um zwei At. Wasserstoff reichere Formel, wenn man von dem um 0,6 pC. zu hoch gefundenen Wasserstoffgehalt absieht. Die Abweichung ist aus den schon erwähnten Gründen leicht erklärlich.

Das Gleiche gilt von der Analyse der freien Säure, zu welcher v. Vogel jedenfalls, ohne dies besonders anzugeben, bei höherer Temperatur getrocknete Substanz verwendet hat.

	Berechnet für		Gefunden	
	C ₄ H ₅ N ₃ O ₅	C ₄ H ₃ N ₃ O ₅		
C	27,43	27,74	27,27	—
H	2,86	1,75	2,68	—
N	24,00	24,28	23,27	23,70

⁴⁾ loc. cit.