

Während einiger Stunden mit einer alkoholischen Lösung von essigsaurem Kalium erhitzt, giebt es Chlorkalium und die Flüssigkeit enthält *essigsaures Nitrodracäthyl* $C_6H_4(NO_2), CH_2(C_2H_3O_2)$ *). Dieses ist etwas löslich in siedendem Wasser, ziemlich löslich in alkoholhaltigem Wasser, leicht löslich in Alkohol und in Aether. Es scheidet sich aus seinen Lösungen in glänzenden dünnen, weissen oder gelblichen Blättern aus. Es schmilzt bei 85° und erstarrt grofsblättrig.

Als ich, in der Absicht einen mit dem vorhergehenden Körper isomeren darzustellen, essigsaures Benzyl mit rauchender Salpetersäure behandelte, erhielt ich ein dickes Oel, aus welchem sich ein weifser fester Körper abschied; die Untersuchung dieser Substanzen ist noch nicht ausgeführt.

Untersuchungen aus dem chemischen Universitätslaboratorium zu Halle.

21) Einfachste Darstellungsmethode der Glycolamidsäuren aus Monochloressigsäure;

von W. Heintz.

Zur Bildung der Glycolamidsäure aus Monochloressigsäure verfährt man am Besten auf folgende Weise: Man theilt die Monochloressigsäure, welche zur Darstellung dienen soll, in drei annähernd gleiche Theile, bringt jeden dieser Theile in einen geräumigen Kolben, löst die Säure in beiden Kolben

*)	gefunden			berechnet
	C	54,87	54,88	55,38
	H	5,10	4,48	4,61

in Wasser und übersättigt die Lösung in dem einen Kolben sehr stark, in dem anderen nur schwach mit Ammoniak. Die Flüssigkeit in ersterem Kolben wird in einem Sandbade anhaltend gekocht, und zwar so, daß die Dämpfe durch einen umgekehrten Kühler, dann durch die Flüssigkeit in dem zweiten Kolben streichen müssen. Nach mehrstündigem Kochen bringt man an Stelle des ersten Kolbens den zweiten, an Stelle des zweiten den dritten und läßt wieder mehrere Stunden kochen. Jetzt wird der Inhalt des dritten Kolbens eben so gekocht, während der erste zum Auffangen des überdestillirenden Ammoniaks dient, und in dieser Weise fortgefahren, bis der Inhalt jedes Kolbens 10 bis 12 Stunden gekocht hat.

Um sich zu überzeugen, ob alle Monochloressigsäure wirklich zersetzt ist, werden Proben aus jedem der drei Kolben nach Fällung allen Chlors durch Silberlösung, Entfernung des überschüssigen Silbers durch Schwefelwasserstoff, anhaltendem Kochen der abfiltrirten, von Schwefelwasserstoff befreiten Flüssigkeit mit chlorfreiem Aetzkali und nach Uebersättigung mit Salpetersäure mit salpetersaurem Silberoxyd versetzt. Dieses Reagens darf, wenn alle Monochloressigsäure zersetzt war, höchstens eine Opalisierung bewirken. Jetzt wird der Inhalt der Kolben gemischt, durch Auskrystallisiren der Salmiak möglichst entfernt und die syrupartige Flüssigkeit allmählig mit concentrirter Salzsäure versetzt. Nach einiger Zeit wird sich, namentlich beim Schütteln, ein Niederschlag absetzen, der aus Triglycolamidsäure besteht.

Wenn der Niederschlag sich nicht mehr zu vermehren scheint, so setzt man zunächst zu einer Probe der davon getrennten Flüssigkeit noch etwas Salzsäure. Entsteht dadurch in der Probe ein neuer Niederschlag, so muß zu der ganzen Menge der Lösung noch mehr Salzsäure hinzugefügt wer-

den, bis dadurch in einer Probe keine Fällung mehr hervor-
gebracht wird.

Ist dieser Punkt erreicht, so scheidet sich nach längerer
Zeit die ganze gewinnbare Menge der Triglycolamidsäure
aus, die abfiltrirt und mit kaltem Wasser ausgewaschen und
durch Umkrystallisiren mit Thierkohle gereinigt werden muß.

Nicht nur die Waschwasser, sondern auch die Mutter-
laugen von der Umkrystallisation der Triglycolamidsäuren
müssen dem ersten Filtrat beigefügt werden, denn wenn die
Menge der angewendeten Salzsäure nicht viel mehr beträgt,
als zur Abscheidung der Triglycolamidsäure erforderlich, so
wird die Diglycolamidsäure durch diesen Ueberschufs an
Säure nur von dem Ammoniak befreit, nicht aber in die
leicht lösliche salzsaure Diglycolamidsäure verwandelt. Es
scheidet sich dann mit der Triglycolamidsäure auch etwas
der zwar leichter als diese, aber doch immer noch ziemlich
schwer löslichen Diglycolamidsäure aus, die durch Krystalli-
sation nicht bequem von der Triglycolamidsäure vollständig
getrennt werden kann.

Die gesammte Lösung wird darauf zur Abscheidung der
Diglycolamidsäure mit Ammoniak schwach übersättigt und
verdunstet, und nun so viel als möglich von dem neu gebil-
deten Salmiak durch Krystallisation getrennt. Endlich wer-
den die Mutterlaugen, aus denen der Salmiak möglichst rein
abgeschieden ist, mit überschüssigem frisch gefälltem kohlen-
saurem Zinkoxyd bis zur Trockne verdunstet. Sobald er-
neuter Zusatz von kohlensaurem Zinkoxyd und von kochendem
Wasser keinen Ammoniakgeruch mehr hervorbringt, wird
filtrirt, der Niederschlag mit kaltem Wasser ausgewaschen,
dann in sehr viel Wasser vertheilt und in der Weise heifs
durch Schwefelwasserstoff zersetzt, wie ich diefs schon
früher *) angegeben habe.

*) Diese Annalen CXXXVI, 215.

Die von dem diglycolamidsauren Zink abfiltrirte Flüssigkeit wird durch Verdunsten auf ein kleines Volum gebracht. Es scheidet sich dabei noch eine nicht unbedeutende Menge von diglycolamidsaurem Zink ab, das, wie oben angegeben, in Diglycolamidsäure verwandelt werden kann. Die davon getrennte, Chlorzink und Glycocolle enthaltende Flüssigkeit wird mit Ammoniak übersättigt, gekocht und das Zink in der heißen Flüssigkeit durch Schwefelammonium gefällt. Nach dem Erkalten der Flüssigkeit wird filtrirt und der Niederschlag mit Schwefelammonium enthaltendem Wasser ausgewaschen. Durch das Erhitzen der Flüssigkeit vor der Fällung des Schwefelzinks durch Schwefelammonium wird der Uebelstand in Etwas verringert, daß das Schwefelzink die Poren der Filtrums so verstopft, daß die Waschflüssigkeit nur äußerst langsam hindurchfließt. Noch mehr aber trägt dazu, dies zu vermeiden, bei, wenn man dafür sorgt, daß die den Niederschlag durchtränkende Flüssigkeit stets unzersetztes Schwefelammonium enthält.

Das nun neben Salmiak noch Glycocolle enthaltende Filtrat wird mit einer bedeutenden Menge feucht präparirter Bleiglätte (auf jedes Pfund angewendeter Monochloressigsäure etwa $1\frac{1}{2}$ Pfund Glätte) im Wasserbade unter häufigem Umrühren bis zur staubigen Trockne verdunstet. Der Rückstand wird mit kochendem Wasser übergossen und durchgerührt, und endlich nach dem Erkalten die Flüssigkeit von dem Niederschlage getrennt. Darauf wird die in dieser Flüssigkeit enthaltene Verbindung von Glycocolle mit Bleioxyd durch Schwefelwasserstoff zersetzt, und das Filtrat nach dem Verdunsten unter Zusatz von etwas Ammoniak und Alkohol zur Krystallisation gebracht. Die geringe Menge noch vorhandenen Salmiaks kann durch Umkrystallisation des ausgeschiedenen Glycocolles mittelst verdünnten Alkohols sehr leicht entfernt werden.

Will man auch die kleine Menge Glycolsäure gewinnen, welche sich in dem unlöslichen Bleisalz befinden muß, so kocht man dieses mit so viel verdünnter Schwefelsäure, daß die Lösung etwas freie Schwefelsäure enthält, fällt die Spur gelösten Bleioxyds mit Schwefelwasserstoff aus, verdunstet die abfiltrirte Lösung und neutralisirt sie endlich mit Kalkhydrat. Durch Umkrystallisiren läßt sich der gebildete glycolsäure Kalk leicht reinigen.

Halle, den 26. Mai 1867.

22) Ueber phosphorsaures Zinkoxydnatron;
von L. Scheffer, stud. pharm.

Berzelius sagt in seiner Anwendung des Löthrohrs, 4. Aufl., S. 87, in Bezug auf das Verhalten des Zinkoxydes gegen Phosphorsalz: „Phosphorsalz löst Zinkoxyd leicht zu einem klaren Glase, das durch Flattern milchweifs wird, durch gröfseren Zusatz von Zinkoxyd bei der Abkühlung emailweifs.“ Welcher Körper sich hierbei bildet, scheint bis jetzt nicht durch Versuche festgestellt worden zu sein.

Da die Phosphorsäure leicht Doppelsalze bildet, so liegt die Annahme nahe, daß das Zinkoxyd beim Schmelzen mit Phosphorsalz mit diesem ein Doppelsalz bildet. Von dieser Annahme ausgehend, habe ich den Versuch gemacht, dieses Doppelsalz darzustellen.

Phosphorsaures Ammoniaknatron (Phosphorsalz) und Zinkoxyd wurden in solchen Mengen zusammengeschmolzen, daß sich ein Salz bilden konnte, welches auf 1 At. Phosphor 1 At. Natrium und 1 At. Zink ($\text{Zn} = 65$) enthält.

Das Gemisch schmolz unter Anfangs geringem Schäumen zuletzt zu einer klaren durchsichtigen farblosen Masse