

Die Heizflüssigkeit wird durch den Tubus *F* ein- und ausgebracht. Ferner wird dadurch, dass die Röhren *A* und *B* beliebig lang gemacht werden können und zwischen Flamme und Trichterspirale ein Blechschirm *K* angebracht ist, die Entzündungsgefahr auch bei leicht entzündlichen Flüssigkeiten vermieden.

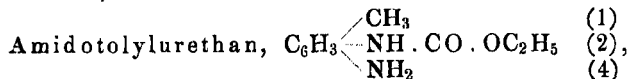
Da die Wärmeleitung des Glases nur gering ist, empfiehlt es sich, um den Trichterinhalt immer auf einer dem Siedepunkte nahen Temperatur zu erhalten, als Heizflüssigkeit einen Körper zu verwenden, dessen Siedepunkt 40—60° höher liegt, als der der zu filtrierenden Flüssigkeit. So eignen sich zum Filtriren von wässrigen Lösungen sehr gut käufliches Xylol (Sdp. 134°) oder noch besser Cumol (Sdp. 160—170°). Da der Apparat bis auf das gläserne Steigrohr vollkommen aus Metall (am besten aus hartgelöthetem Kupferblech) hergestellt werden kann, ist er unzerbrechlich und ausserdem sind zum Anheizen nur wenige Minuten erforderlich. Der Apparat wird in dauerhafter Ausführung von der Firma Max Kaehler & Martini, Berlin W. Wilhelmstrasse 50, geliefert.

Leipzig, II. chemisches Universitätslaboratorium (Ostwald's Laboratorium).

### 319. Hugo Schiff: Ueber Amidotolylurethan.

(Eingegangen am 8. Juli; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. H. Jahn.)

In einer in diesen Berichten XXIV, 687 mitgetheilten Notiz habe ich beschrieben, in welcher Weise das



vom Paranitrotoluidin,  $\text{CH}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_3 \begin{cases} \text{NH}_2 & (2) \\ \text{NO}_2 & (4) \end{cases}$ , aus dargestellt wurde.

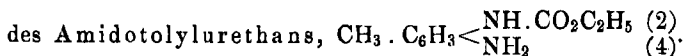
Ueber genannten Gegenstand und über eine Anzahl sich hieran schliessende Verbindungen habe ich inzwischen in den Annalen der Chemie 268, 305 eine ausführlichere Abhandlung veröffentlicht. Ich gelange in derselben zum Resultat, dass eine in das gewöhnliche Tolylendiamin (1, 2, 4) eingeführte Säuregruppe zuerst in die zum Methyl in Parastellung sich befindende Amidogruppe substituierend eintritt. Das bereits früher von T i e m a n n erhaltene Monoacetyltoluylen-diamin besitzt also die Constitution:  $\text{CH}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_3 \begin{cases} \text{NH}_2 & (2) \\ \text{NH} \cdot \text{C}_2\text{H}_5\text{O} & (4) \end{cases}$ .

Ich werde später mittheilen, unter welchen Verhältnissen dasselbe in reichlicher Ausbeute und fast frei von Diacetylderivat erhalten wird.

Werden 20–30 g der Monoacetylverbindung in der 8–10fachen Menge wasserfreien Aethers suspendirt, für je 10 g der Verbindung 3 cem Aethylchloroformiat zugefügt und die Mischung öfters umgeschüttelt, so geseht sie nach 1½ bis 2 Stunden zu einem Brei weisser Krystalle, welche neben salzsaurem Acetyltoluyldiamin Acetamidotolylurethan,  $\text{CH}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_3 < \begin{smallmatrix} \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot \text{OC}_2\text{H}_5 & (2) \\ \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}_3 & (4) \end{smallmatrix}$ , enthalten. Man destillirt den Aether im Wasserbade ab und zieht aus dem staubtrockenen, fast farblosen Rückstand das Chlorhydrat durch sehr schwach mit Salzsäure angesäuertes Wasser aus.

Das ungelöst bleibende Acetamidotolylurethan löst sich sehr leicht in Weingeist, schwer in heissem Wasser. Nach öfterem Umkrystallisiren aus sehr verdünntem Weingeist (10–15 pCt.) erhält man lange, farblose, atlasglänzende Nadeln, welche bei 181° schmelzen.

Trägt man dieses Acetylurethan allmählich in mit dem halben Volum Wasser verdünnte fast kochende Salzsäure ein, so löst es sich leicht zu einer gelblichen Flüssigkeit, aus welcher sich beim Erkalten nichts mehr abscheidet. Neben Essigsäure enthält sie das Chlorhydrat



Dasselbe wird aus der concentrirten Lösung durch Zusatz von gepulvertem Natriumcarbonat ausgefällt; das in Lösung Gebliebene wird mittelst Aether ausgeschüttelt.

Während nach der früheren Methode, vom Paranitrotoluidin aus, in mühseliger Weise eine kleine Ausbeute eines schwer zu reinigenden Präparats erhalten wurde, führt die oben dargelegte Bereitungsweise in kurzer Zeit zu einer reichlichen Menge der wohlkrystallisirten Verbindung, welche am besten durch öfteres Umkrystallisiren aus heissem Wasser gereinigt wird. Es ist hierbei zu beachten, dass die Verbindung mit den Wasserdämpfen flüchtig ist.

Die früher vom Nitrotoluidin aus dargestellte und wahrscheinlich noch nicht völlig reine Verbindung schmolz bei 91°, wie die isomere Verbindung  $\text{CH}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_3 < \begin{smallmatrix} \text{NH}_2 & (2) \\ \text{NH} \cdot \text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5 & (4) \end{smallmatrix}$ , welche letztere direct aus Toluyldiamin und Aethylchloroformiat erhalten wird. Auch das nur einmal umkrystallisirte Product der jetzigen Darstellung schmolz bei 91°, aber bei fünfmaligem Umkrystallisiren aus heissem Wasser erhöhte sich der Schmelzpunkt allmählich auf 95°, welcher sich constant erhielt.

Nach einer vorläufigen Mittheilung von Dr. Bartalini krystallisiert die Verbindung trimetrisch mit den vorherrschenden Flächen (110) und (011) und dem Verhältniss

$$a : b : c = 0.673 : 1 : 0.498.$$

Dr. Bartalini wird später eine eingehende krystallographische Untersuchung der beiden isomeren Amidotolylurethane veröffentlichen.

Florenz. Universitäts-Laboratorium.

### 320. G. Pulvermacher: Bemerkung über Mandelsäureamid.

[Aus dem I. Berliner Univers.-Laboratorium No. DCCCLXXXVIII.]

(Eingegangen am 11. Juli).

Das Mandelsäureamid ist von Zinin<sup>1)</sup> und von C. Beyer<sup>2)</sup> als ein bei 132° schmelzender Körper beschrieben worden. Durch Einwirkung von rauchender Salzsäure auf Mandelsäurenitril erhielten F. Tiemann und L. Friedländer<sup>3)</sup> ein bei 190° schmelzendes Product, welches nach dem Ergebniss der Analysen<sup>4)</sup> als Mandelsäureamid angesprochen wurde.

I. 0.202 g Substanz gaben 0.109 g Wasser und 0.47 g Kohlensäure, entsprechend 5.99 pCt. Wasserstoff und 63.45 pCt. Kohlenstoff.

II. 0.164 g Substanz gaben bei 758.1 mm Bar. und 21° C.: 13.5 ccm Stickstoff, entsprechend 9.34 pCt. Stickstoff.

Theorie für  $C_6H_5 \cdot CHOH \cdot CONH_2$ :

C 63.57, H 5.96, N 9.28 pCt.

Denselben Schmelzpunkt, 190°, giebt auch J. Biedermann<sup>5)</sup> an, welcher es durch Einwirkung von alkoholischem Ammoniak auf das  $\alpha$ -Lacton der Mandelsäure darstellte.

Im Gegensatz hierzu haben Helen Abbott Michaël und John Jeanprêtre<sup>6)</sup> bei Wiederholung der Versuche von Tiemann und Friedländer eine bei 194° schmelzende Verbindung von der Formel  $C_{15}H_{13}NO_2$  erhalten, welche schon früher auf anderem Wege von Zinin (loc. cit.) gewonnen worden war und, wie auch Helen Abbott Michaël und John Jeanprêtre hervorheben, ein unter Abspaltung

<sup>1)</sup> Jahresberichte 1868, 626.

<sup>2)</sup> Journ. für prakt. Chem. 1885, 385.

<sup>3)</sup> Diese Berichte XIV, 1967.

<sup>4)</sup> Inaug.-Diss. von L. Friedländer, Freiburg (Berlin) 1882, p. 21.

<sup>5)</sup> Diese Berichte XXIV, 4083.

<sup>6)</sup> Diese Berichte XXV, 1683.