

fraktionierte Vakuumdestillation und darauffolgendes Umkrystallisieren aus Alkohol gereinigt. Er siedet unter 10 *mm* Druck ohne Zersetzung bei 193° und läßt sich durch Eindunsten seiner ätherischen Lösung in besonders großen schönen Krystallen erhalten.

I. Ammoniakadditionsprodukt des Dicarbintetracarbonsäureesters (Asparagindicarbonsäuretetraäthylester).

Nach Versuchen von Karl Holdermann.¹

Man übergießt 20 g gepulverten Dicarbintetracarbonsäureester mit 50 *cm*³ Alkohol, sättigt bei 0° mit Ammoniak, wobei der Ester ganz in Lösung geht, läßt 2 Tage bei Zimmertemperatur stehen, gießt von einem geringen Bodensatze ab und vertreibt den Alkohol auf dem Wasserbade.² Man versetzt das zurückbleibende dicke, gelbliche Öl mit 60 *cm*³ zehnpromzentiger Salzsäure, wobei der größte Teil in Lösung geht, filtriert von der geringen Menge rasch erstarrenden, unangegriffenen Dicarbintetracarbonesters ab, versetzt das Filtrat mit festem Natriumcarbonat im Überschuß, nimmt das abgeschiedene Öl in Äther auf und trocknet mit Pottasche. Der Äther hinterläßt beim Verdampfen das Additionsprodukt als farb- und geruchloses, dickes Öl in einer Menge von 16 g.

Die Verbindung läßt sich auch in einfacherer Weise erhalten durch Stehenlassen des feingepulverten Dicarbinesters mit 3 Teilen 25prozentigem wässerigen Ammoniak bei Zimmertemperatur. Der Ester verflüssigt sich schon nach kurzer Zeit und das am Boden liegende Öl ist nach 1 bis 2 Tagen in verdünnter Salzsäure vollkommen löslich geworden. Man zieht es dann im Scheidetrichter ab und verarbeitet es, wie oben

¹ Diese Versuche sind schon vor 10 Jahren ausgeführt worden und in der Dissertation von K. Holdermann (Karlsruhe 1904) niedergelegt.

² Läßt man die alkoholische Lösung längere Zeit, wochenlang, stehen, so scheiden sich allmählich größere Mengen eines weißen Körpers aus. Derselbe ist wahrscheinlich im wesentlichen identisch mit dem im zweiten Kapitel beschriebenen Tetramid, konnte aber von uns trotz vielen Bemühungen nicht in reinem Zustande erhalten werden. Die alkoholische Lösung enthält auch nach dieser Zeit noch unveränderten Dicarbintetracarbonsäureester.