

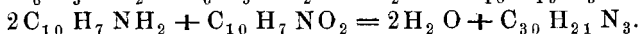
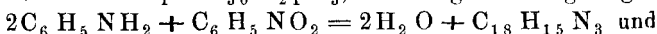
ständig unter Wasserstoffentwicklung auf. In der Lösung waren enthalten Cadmium, als stete Verunreinigung des Zinks, und Zink selbst.

Hiernach bleibt als einzige Abweichung dieser Arbeit von der ursprünglichen die bestehen, dass die HH. Engler und Emmerling angeben, 300 Röhren hergestellt zu haben, während mir die Sache bei 150 erfolglos erschienen ist. Ich würde mit dem grössten Interesse auch die höhere Zahl in Angriff nehmen, wenn die Herren von Neuem beweisen, dass man dann den Zweck erreicht; sonst aber halte ich die Mittheilung, dass man Indigo künstlich herstellen könne, hierdurch für widerlegt.

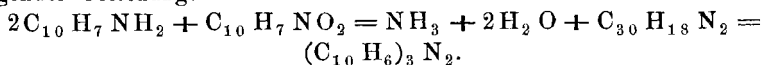
295. M. Salzman und H. Wichelhaus: Ueber Trinaphtyldiamin.

(Mittheilung aus dem Technologischen Institut der Univ. Berlin, vorgetr. in d. Sitzung von Hrn. Wichelhaus.)

Vor einiger Zeit¹⁾ wurde von Hrn. v. Dechend und dem Einen von uns mitgetheilt, dass durch gemässigte Einwirkung von Anilin auf Nitrobenzol eine Base von der Zusammensetzung $C_{18}H_{15}N_3$, identisch mit Hofmann's Azodiphenylblau erhältlich sei und dass dann weiter unter Ammoniakaustritt Triphenyldiamin entstehe. Es war nun von Interesse zu versuchen, ob diese Reaction in der Naphtalinreihe ebenso verlief, man musste alsdann zunächst zu dem entsprechenden Körper $C_{30}H_{21}N_3$, dem Magdalaroth gelangen:



In der That aber gelingt es hier nicht, soviel auch die Versuchsbedingungen geändert wurden, den gleichzeitigen Austritt von Ammoniak zu verhindern; vielmehr verläuft die Reaction im Sinne folgender Gleichung:



Am besten verfährt man um den Körper $C_{30}H_{18}N_2$, das Trinaphtyldiamin, zu gewinnen, wenn man je 1 Mol. Naphtylamin, salzsaures Naphtylamin und Nitronaphtalin im geschlossenen Rohr 3—4 Stunden auf 190—220° erhitzt. Der Salmiakaustritt erfolgt unter diesen Bedingungen fast quantitativ (verlangt 10,68 pCt; gef. 9,7 und 9,6 pCt NH_4Cl) und man erhält wenig Nebenprodukte. Im Rohr findet sich ein fester, mit Salmiakkrystallen durchsetzter, violett schwarzer Lack und etwas Wasser.

Der zerkleinerte Lack wurde mit heissem Wasser behandelt, um den Salmiak auszuziehen und nach Zusatz von Kalilauge überhitzten

¹⁾ Diese Berichte VIII, 1613.

Wasserdämpfen ausgesetzt um kleine, der Reaction entgangene Mengen von Naphtylamin und Nitronaphtalin zu entfernen. Man löst dann in heissem Alkohol und fällt mit Wasser die Base.

Zur Analyse wurde dieselbe noch in Chloroform aufgenommen und das Lösungsmittel verdunstet. Die so gereinigte, bei 100° getrocknete Substanz enthält 1 Mol. Wasser und gab folgende Zahlen:

Berechnet für $C_{30}H_{20}N_2O$.		Gefunden.			
		I.	II.	III.	IV.
C	84.90	84.49	84.75	84.69	—
H	4.71	5.01	4.90	5.12	—
N	6.60	—	—	—	7.02
O	3.79	—	—	—	—

Bei 120—125° verliert die Base langsam das 1 Mol. Wasser.

H_2O Ber. 4.24. Gef. 3.98.

Nachher wurden bei der Verbrennung, die übrigens der schweren Verbrennlichkeit wegen immer im Sauerstoffstrom ausgeführt werden musste, folgende Zahlen erhalten:

Berechnet für $C_{30}H_{18}N_2$.		Gefunden.
C	88.66	88.25
H	4.43	4.85
N	6.89	—

Man kann das Trinaphtylendiamin auch in offenen Gefässen im Oelbade darstellen und beginnt die Reaction auf Zusatz einer Spur von Eisenchlorid schon bei 150°.

Die Base stellt ein amorphes, blauschwarzes Pulver dar, welches, unlöslich in Wasser und Aether, sich in Alkohol, Chloroform und warmem Benzol mit rother Farbe löst. Auf 180° an der Luft erhitzt, beginnt es sich zu zersetzen. Alle Versuche in das fertige Trinaphtylendiamin Ammoniak einzuführen, um auf diese Weise vielleicht zum Naphtalinrosa zu gelangen, blieben erfolglos, ebenso wie andererseits die letztere Base nicht ohne Zerstörung zur Ammoniakabgabe gebracht werden konnte. Das salzsaure Salz des Triphenylendiamins wurde bereitet durch Einleiten von Salzsäuregas in die Chloroformlösung der Base, Verdunstenlassen des Chloroforms und Waschen des Produktes mit heissem Wasser zur Entfernung der überschüssigen Salzsäure. Bei 100° getrocknet enthielt es 6.43 pCt. N und 8.45 und 8.3 pCt. Cl, die Theorie erfordert 6.32 pCt. N und 8.02 pCt. Cl. Es ist ein violettes, amorphes Pulver, leichter und mit schönerer Farbe als die Base in denselben Lösungsmitteln löslich. Beim Färben liefert das Salz wie die Base rothviolette Töne, denen jedoch eine besondere Schönheit nicht beiwohnt.