

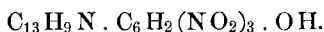
115. R. Anschütz: Ueber Acridinpikrat.

[Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Bonn.]

(Eingegangen am 26. Februar.)

Bei der Untersuchung eines Rohphenanthrens auf die in ihm ausser Phenanthren enthaltenen Kohlenwasserstoffe brachte ich unter Anderem Pikrinsäure in alkoholischer Lösung in Anwendung und erhielt neben einigen leicht löslichen Pikrinsäureverbindungen eine geringe Menge einer auch in siedendem Alkohol ungemein schwer löslichen Pikrinsäureverbindung, die in den Eigenschaften mit keiner der bekannten additionellen Verbindungen von Pikrinsäure und Kohlenwasserstoffen übereinstimmte. Ich glaubte anfangs eine neue Substanz im Theer aufgefunden zu haben, allein die Eigenschaften des aus der Pikrinsäureverbindung mit Ammoniak abgeschiedenen Stoffes zeigten, dass derselbe nichts anderes als Acridin war.

Das Acridinpikrat besitzt die Formel:



- | | | | | | |
|----|----------|----------|-----------|----------|-----------------|
| 1) | 0.3479 g | Substanz | lieferten | 0.1982 g | Ammoniumpikrat, |
| 2) | 0.2326 » | » | » | 0.1390 » | » |
| 3) | 0.2689 » | » | » | 0.1517 » | » |

| | Berechnet | Gefunden | | |
|--|-----------|----------|-------|------------|
| für $\text{C}_{13}\text{H}_9\text{N} \cdot \text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3\text{OH}$ | | 1. | 2. | 3. |
| Pikrin | 54.88 | 52.93 | 55.49 | 52.83 pCt. |

Das Acridinpikrat ist eine für das Acridin ungemein charakteristische Verbindung, es bildet bei raschem Krystallisiren aus Alkohol nur unter dem Mikroskop erkennbare, feine prismatische Nadeln, bei langsamem Krystallisiren sternförmig gruppirte, sehr zarte Prismen. Das Salz besitzt eine canariengelbe Farbe mit schwach grünlichem Schimmer, es schmilzt sehr hoch, allein der Schmelzpunkt lässt sich nicht mit Sicherheit angeben, da die Substanz bei 208⁰ etwa anfängt, partiell schwarze Tröpfchen zu bilden und die allmählich zunehmende Schwärzung den Punkt der vollständigen Schmelzung nicht recht zu beobachten erlaubt.

In kaltem Wasser ist das Acridinpikrat sehr schwer löslich, durch kochendes Wasser wird es partiell zerlegt, es tritt deutlich der Geruch nach Acridin auf. In kaltem Alkohol und besonders in kaltem Benzol ist das Acridinpikrat ebenfalls sehr wenig löslich und selbst beim Kochen wird von beiden genannten Lösungsmitteln nur wenig Salz aufgenommen. Bei 17.5⁰ enthielt die alkoholische Lösung folgende Mengen Acridinpikrat:

- | | | | |
|----|--------|----------|----------------|
| 1) | 10 cem | 0.004 g | Acridinpikrat, |
| 2) | 10 » | 0.0035 » | » |
| 3) | 10 » | 0.0035 » | » |

Noch schwerer ist das Acridinpikrat in Benzol löslich, 10 ccm bei 17.5° gesättigter Benzollösung hinterliessen 0.001 g Acridinpikrat.

Man kann daher das Acridin in vielen Fällen zur Analyse von Pikraten mit Vortheil in Anwendung bringen und zwar das salzsaure Acridin zur Analyse von Pikraten, das freie Acridin zur Analyse von Pikrinsäureverbindungen der Kohlenwasserstoffe. Ich habe auf diese Art die Phenanthrenpikrinsäure und die Naphtalinpikrinsäure mit folgendem Resultat analysirt:

0.1877 g Phenanthrenpikrinsäure ergaben 0.1932 g Acridinpikrat:

| | |
|---|------------|
| Ber. für $C_{14}H_{10} \cdot C_6H_2(NO_2)_3 \cdot OH$ | Gefunden |
| $C_6H_2(NO_2)_3 \cdot OH$ 56.26 | 57.77 pCt. |

0.1844 g Naphtalinpikrinsäure ergaben 0.2151 g Acridinpikrat:

| | |
|--|------------|
| Ber. für $C_{10}H_8 \cdot C_6H_2(NO_2)_3 \cdot OH$ | Gefunden |
| $C_6H_2(NO_2)_3 \cdot OH$ 64.15 | 65.47 pCt. |

Beide Bestimmungen des Acridinpikrates sind zu hoch ausgefallen, trotzdem das Acridinpikrat in Benzol etwas löslich ist. Es kommt dies daher, dass das völlige Auswaschen des Niederschlages mit Benzol auf einem Papierfilter mit Schwierigkeiten verbunden ist. Die Bestimmungen werden wohl exakter ausfallen, wenn man statt eines Papierfilters einen Platintiegel mit siebartig durchlöcherter Boden und Asbest zur Anwendung bringt. Man muss das Auswaschen des Acridinpikrates mit Benzol so lange fortsetzen, bis das Filtrat auch nach 12 stündigem Stehen mit Pikrinsäure keinen Acridinpikratniederschlag mehr giebt.

Es scheint eine Eigenschaft vieler Acridinbasen zu sein, mit Pikrinsäure schwer lösliche Pikrate zu bilden. So liefert auch das Chrysanilin beim Vermischen gleicher Moleküle Chrysanilin und Pikrinsäure, beide Substanzen in Benzol gelöst, ein in Benzol schwer lösliches Pikrat, das als ziegelrothes Pulver ausfällt. Vielleicht zeigt es sich, dass ein dem Acridinpikrat verwandtes Pikrat noch unlöslicher ist als das erstere, also noch besser einer der wesentlichsten Anforderungen entspricht, die man an eine derartige Verbindung stellen muss, um sie zur Analyse der Pikrinsäureverbindungen benutzen zu können. So viel als die Bestimmungsmethode der Pikrinsäure mittelst Ammoniak, leistet meiner Meinung nach die Acridinmethode jetzt schon.

Ich ergreife mit Vergnügen die Gelegenheit, um Hrn. Dr. Glaser auch an dieser Stelle meinen herzlichen Dank zu sagen für die Uebersetzung des zu diesen Untersuchungen verwendeten Acridins.

Bonn, 23. Februar.