

Die Dampfdichten nach V. Meyer's Methode im Bleibade gaben schwankende, anscheinend mit der höheren Temperatur des Bades fallende Zahlen, indem der Kohlenwasserstoff bei diesen Temperaturen schon eine theilweise Zersetzung erleidet:

I. Kohlenwasserstoff aus Pimarsäure, II. aus Sylvinsäure; gefunden

	I.						II.	
D	8.89	7.91	7.39	7.43	6.89	6.71	7.99	8.08

Beide Kohlenwasserstoffe sind optisch inactiv¹⁾ und scheinen identisch zu sein.

Organisches Laboratorium der technischen Hochschule zu Berlin.

431. S. Kleemann und W. Wense: Ueber α -Diamidophenanthrenhydrochinon.

(Eingegangen am 5. August.)

Die im letzten Hefte der Berichte²⁾ enthaltene Mittheilung der HHrn. R. Anschütz und Peter Meyer über Amido- und Oxyphenanthrenchinon veranlasst uns, die Resultate einer vor Kurzem begonnenen Arbeit über den gleichen Gegenstand zu veröffentlichen.

Wir hatten die Absicht, das Verhalten der verschiedenen nitrirten Phenanthrenchinone gegen Reductionsmittel zu studiren und mit dem von Gräbe³⁾ zuerst dargestellten und von Schultz⁴⁾ näher untersuchten α -Dinitrophenanthrenchinon unsere Versuche (Schmp. 290°) begonnen. Behandelt man dieses mit überschüssigem Zinnchlorür und starker Salzsäure, so entsteht zunächst ein von Schultz bereits bei der Reduction mit wässriger Zinnchlorürlösung beobachteter Körper. Bei einigem Kochen aber verschwindet die rothe Farbe, und man erhält schliesslich einen Brei farbloser Nadelchen eines Zinndoppelsalzes. Dasselbe wurde abgesaugt, in Wasser gelöst und mit Schwefelwasserstoff vom Zinn befreit. Das Filtrat wurde zur Verhütung der leicht ein-

¹⁾ Meiner Angabe (diese Berichte XVII, 1886), dass die Kohlenwasserstoffe sich durch ihr Drehungsvermögen unterschieden, liegt eine Verwechslung mit dem Verhalten der zugehörigen Säuren zu Grunde. Liebermann.

²⁾ Diese Berichte XVIII, 1942.

³⁾ Ann. Chem. Pharm. 167, 144.

⁴⁾ Ann. Chem. Pharm. 203, 108.

tretenden Oxydation in einem Kolben mit Bunsen'schem Ventil rasch eingengt. Auf Zusatz von Salzsäure fällt dann ein weisses, krystallinisches Pulver, das sich aber leicht beim Erwärmen wieder löst. Die gelbbraune Lösung scheidet beim Erkalten hübsche, glänzende, lange Nadeln aus, die im lufttrockenen Zustande analysirt wurden. Sie sind salzsaures Diamidophenanthrenhydrochinon. Die Verbrennung musste mit Bleichromat vorgenommen werden.

	Gefunden		Berechnet für
	I.	II.	$C_{14}H_6(NH_2 \cdot HCl)_2(OH)_2, 3 H_2O$
C	45.75	—	45.77 pCt.
H	5.96	—	5.45 »
N	7.82	7.79	7.63 »
H ₂ O	15.18	—	14.71 »

Beim Trocknen auf 100° verliert die Verbindung unter Schwärzung ihr Krystallwasser, ebenso bei längerem Liegen über Schwefelsäure. Dabei geht auch etwas Salzsäure fort. Mit Kalilauge übergossen wird sie erst grün, dann blau-violett, endlich schwarz. Mit Aether und etwas Ammoniak geschüttelt giebt die verdünnte alkoholische Lösung eine prächtig blaue, beständige Färbung. Beim Schmelzen mit Kali entsteht unter Ammoniakentwicklung eine stickstofffreie, in Säuren unlösliche Substanz, ebenso durch Diazotirung.

Die Lösung des Salzes wird unter Abscheidung violett-schwarzer Nadelchen von α -Diamidophenanthrenchinon an der Luft leicht verändert, rascher beim Durchleiten von Luft oder bei Zugabe von Eisenchlorid oder Kaliumbichromatlösung.

	Gefunden	Ber. für $C_{14}H_{10}N_2O_2$
N	11.62	11.76 pCt.

Beim Erwärmen des salzsauren Diamidophenanthrenhydrochinons mit der gleichen Menge Natriumacetat und etwa der sechsfachen Menge Essigsäureanhydrid erhält man Tetraacetyl- α -diamidophenanthrenhydrochinon: $C_{14}H_6(NH \cdot C_2H_3O)_2(O \cdot C_2H_3O)_2$.

	Gefunden	Ber. für $C_{22}H_{20}N_2O_6$
C	64.79	64.70 pCt.
H	5.30	4.90 »
N	7.00	6.86 »

Dasselbe bildet farblose, feine Nadeln, die bei 300° noch nicht schmelzen, in Alkohol und Eisessig schwer löslich sind und mit Alkohol und Schwefelsäure Essigäther entwickeln. Beim Kochen mit Kalilauge erhält man daraus grüne Flocken.

Vorstehende Versuche werden wir, um Collisionen mit den HHrn. Anschütz und Meyer zu vermeiden, nicht weiter fortsetzen.

Berlin. Organisches Laboratorium der Technischen Hochschule.