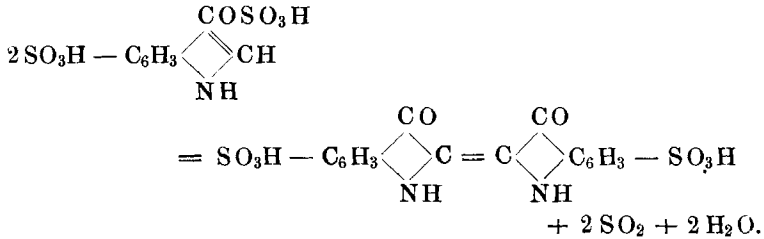


trirte Schwefelsäure in Indigodisulfosäure, schweflige Säure und Wasser zerfallen würde im Sinne folgender Gleichung:



Die quantitativen Ergebnisse des Verfahrens sind ziemlich gute. Es ist bereits gelungen, die Ausbeute an Indigocarmin auf 60 pCt. vom angewandten Phenylglycocoll zu erhöhen. Da der Process der Farbstoffbildung bei so niedriger Temperatur und mit solcher Leichtigkeit sich abspielt, so darf ich hoffen, dass es beim weiteren Verfolgen des Gegenstandes gelingen wird, den Process zu einem noch glatteren auszugestalten.

Das vorliegende Verfahren zur Darstellung von Indigocarmin ist von den Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld im December vorigen Jahres in allen Ländern zu Patent angemeldet worden.

241. Felix B. Ahrens: Ueber γ -Dipyridyl und das zugehörige Dipiperidyl.

[Aus dem chemischen Institut der Universität zu Breslau.]

(Eingegangen am 9. Mai; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. H. Jahn.)

Vor längerer Zeit (diese Berichte XXI, 2930) berichtete ich über das vollständig hydrirte γ -Dipyridyl $\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{N}_2$. Eine gelegentliche Wiederholung dieser Arbeit hat nun gezeigt, dass die damals erhaltene Base nicht rein war, sondern ein Gemenge darstellte, dessen Trennung zu jener Zeit nicht glückte. Im Verlaufe der neuen Untersuchung wurde gefunden, dass das Dipiperidyl eine krystallisirte Nitrosoverbindung bildet, durch welche eine Trennung von einer anderen Base, deren Nitrosoverbindung ein helles Oel darstellte, zu bewerkstelligen war.

Die Darstellung des γ -Dipyridyls wurde dahin abgeändert, dass die Einwirkung des Natriums auf das Pyridin bei gewöhnlicher Temperatur vor sich ging. Man lässt das Reaktionsgemisch, das ab und zu umgeschüttelt wird, in verschlossenen Gefäßen so lange stehen,

bis eine gleichmässige, pulverige, schwarze Masse entstanden ist. Dann öffnet man die Gefässe und überlässt sie noch einige Tage unverschlossen sich selbst. Nach dieser Zeit ist die ganze Masse gelblichweiss geworden; man schüttet sie in Wasser und krystallisirt das nicht Gelöste zwei- bis dreimal aus heissem Wasser um. Die Ausbeute ist befriedigend.

Die Reduction wurde mit Natrium und Amylalkohol ausgeführt und das Natrium in grossem Ueberschusse angewendet. Nach Beendigung der Reaction wurde mit concentrirter Salzsäure angesäuert; die dadurch entstehende wässrige Schicht enthält fast sämmtliche Base. Sie wurde abgelassen und mit Natriumnitrit behandelt. Dabei trat nur eine geringe Oelabscheidung ein; beim Erkalten der Lösung schieden sich feine, gelbliche Nadelchen ab. Dieselben wurden abfiltrirt und die Flüssigkeit dann mit Chloroform mehrmals ausgeschüttelt; es restirte nach dem Abdunsten des Lösungsmittels ein hellgelbes Oel, das, in warmem Alkohol gelöst, nach einigem Stehen kleine, gelbe Kryställchen abschied. Die vereinigten Krystalle wurden aus Alkohol umkrystallisirt. Sie schmolzen bei 141—143°.

0.1298 derselben lieferten 28.4 ccm feuchten Stickstoff bei 15° und 749 mm Druck.

| | Gefunden | Ber. für $C_{10}H_{18}N_4O_2$ |
|---|----------|-------------------------------|
| N | 25.34 | 24.8 pCt. |

Diese Nitroverbindung wurde, in concentrirter Salzsäure gelöst, mit Chlorwasserstoff zerlegt. Durch Uebersättigen der Lösung des Chlorhydrats mit frisch bereitetem Natronhydroxyd, sofortiges Ausschütteln mit Aether, Trocknen der ätherischen Lösung mit reinem Kalihydrat und Abdunsten des Lösungsmittels wurde die Base in durchsichtigen, breiten Nadeln erhalten, die leicht löslich in Wasser, Alkohol, Aether, Chloroform sind. Die Base ist hygroskopisch und zieht an der Luft leicht Kohlensäure an. Der Schmelzpunkt lässt sich daher nur annähernd bestimmen; er wurde bei 160° gefunden.

Das Chlorhydrat krystallisirt in Nadeln.

Das Chloroplatinat bildet hübsche, sehr beständige Blättchen.

0.1017 g desselben lieferten bei der Verbrennung 0.0362 g Wasser und 0.0791 g Kohlensäure.

0.153 g Salz hinterliessen nach dem Glühen 0.0516 g Platin.

| | Gefunden | Ber. für $C_{10}H_{20}N_2 2HClPtCl_4$ |
|----|----------|---------------------------------------|
| C | 21.2 | 20.83 pCt. |
| H | 4.04 | 3.82 » |
| Pt | 33.72 | 33.68 » |

Das Goldchloriddoppelsalz bildet — bei langsamer Krystallisation aus Wasser — hübsche lange Nadeln, die sich beim Erhitzen über 220° allmählich zersetzen.

0.1042 g Aurat lieferten bei der Verbrennung 0.030 g Wasser und 0.055 g Kohlensäure.

0.1 g Salz hinterliess nach dem Glühen 0.0464 g Gold.

| | Gefunden | Ber. für $C_{10}H_{20}N_2HC \cdot 2AuCl_3$ |
|----|----------|--|
| C | 14.39 | 14.2 pCt. |
| H | 3.19 | 2.6 » |
| Au | 46.40 | 46.38 » |

Das Quecksilberdoppelsalz fällt in feinen, leichten, sternförmig vereinigten Nadelchen, die namentlich in warmem Wasser leicht löslich sind. Es schmilzt bei 226—227° unter Schwärzung.

Das Pikrat bildet schwer lösliche, hübsche, gezackte Blätter, die sich bei höherer Temperatur (über 200°) allmählich zersetzen.

Breslau, im Mai 1891.

242. Robert Otto und J. H. Kloos: Künstlicher Periklas, ein Product der Chlormagnesiumindustrie.

(Eingegangen am 11. Mai.)

Bekanntlich kommt das Magnesiumoxyd in Kalkblöcken des Monte Somma am Vesuv in regulären Octaëdern krystallisirt vor, jedoch nicht rein, sondern mehrere Procente des mit ihm isomorphen Eisenoxyduls enthaltend. Es ist dies der von Scacchi im Jahre 1841 entdeckte Periklas¹⁾. Das Mineral, welches eine höchst vollkommene Spaltbarkeit nach den Flächen des Würfels zeigt — daher sein Name — ist dunkelgrün, hat einen fettartigen Glasglanz und ungefähr die Härte des Feldspaths; das specifische Gewicht ist verschiedentlich von 3.674—3.75 bestimmt worden. Vor dem Löthrohre ist das Mineral unschmelzbar, wird als Pulver von Säuren völlig aufgelöst, widersteht aber der Auflösung in ganzen Stücken.

Die Analyse von Scacchi ergab:

| | |
|------|---|
| Mg O | 89.04 |
| Fe O | 8.56 |
| | <hr style="width: 50%; margin-left: auto; margin-right: 0;"/> |
| | 97.60. |

Damon²⁾ fand 93.38—93.86 pCt. Mg O und 6.01—5.97 Fe O.

¹⁾ A. Scacchi, *Memorie mineralogiche e geologiche*, Neapel 1841, und *Journ. f. prakt. Chem.* 28, 486.

²⁾ *Ann. Mines* IV. Serie, 3, 360, und *Bull. de la Soc. géol. de France* 1849, 313.