

## 264. C. Liebermann: Ueber Truxen.

(Eingegangen am 29. Mai.)

Im Jahrgang 1892 der Proceedings of the Chem. Soc. S. 107 bis 109 beschrieb Hr. St. Kipping als neu einen Kohlenwasserstoff ( $C_9H_6$ )<sup>a</sup> aus Phenylpropionsäure und Hydrindon, welchen ich beim Durchlesen von Kipping's Notiz sofort als das früher von Bergami und mir<sup>1)</sup> aus Truxon gewonnene Truxen wieder erkannte.

Ich machte Hrn. Kipping brieflich hierauf mit der Bitte aufmerksam, den Sachverhalt bei einer demnächstigen Gelegenheit richtig zu stellen, und war einigermassen über Hrn. Kipping's Antwort erstaunt, dass ihm dieser Sachverhalt, wie auch Bergami's und meine<sup>2)</sup> sowie Hausmann's<sup>3)</sup> Arbeiten über den Gegenstand wohl bekannt gewesen seien, dass er aber den Hinweis auf dieselben unterlassen habe, weil es in England bei vorläufigen Notizen nicht Sitte sei, mehr anzugeben, als dass der Autor sich mit einem gewissen Gegenstande beschäftige. Dass diese Sitte, welche doch gar leicht zu einer Verwirrung der Literatur und zur Schädigung der Ansprüche früherer Autoren führen könnte, in England herrscht, muss ich nach meiner Kenntniss der englischen chemischen Literatur bestreiten.

Zu einem solchen Hinweis auf das Truxen musste Kipping um so mehr veranlasst sein, als das Truxen von Bergami und mir aus Truxon, das wir ausdrücklich als ein dimoleculares Hydrindon bezeichnet hatten, von Hausmann aus Hydrindon selbst, also von der Phenylpropiolsäure sehr nahestehenden Verbindungen aus dargestellt worden war, und als sowohl Hausmann die Identität seines Kohlenwasserstoffs mit Truxen bereits vermuthet, Bergami und ich dieselbe aber alsbald ausführlich bewiesen hatten. Auch konnte wegen der höchst charakteristischen Eigenschaften des Truxens der Identitätsnachweis Hrn. Kipping nicht schwer fallen.

Ich würde diese Prioritätsreclamation gewiss unterdrückt haben, wenn nicht Hr. Kipping in seiner ausführlichen Veröffentlichung über das »Truxen«<sup>4)</sup> auf meinen Brief zurückkäme und sich zugleich bemühte, Bergami's und meinen mangelhaften Angaben über das Truxen die Schuld zuzuschreiben, dass er bei Beschreibung seines Kohlenwasserstoffs das Truxen ignoriert habe. Kipping hat nämlich gefunden, dass Truxen, von dem Bergami und ich u. A. angaben, dass es in Salpetersäure von 1.38 spec. Gew. auch beim Kochen ungelöst und unverändert bleibe, zwar ungelöst bleibe und auch nicht in der Kälte, aber doch beim Kochen etwas angegriffen wird.

---

<sup>1)</sup> Diese Berichte 22, 786.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 23, 317.

<sup>3)</sup> Diese Berichte 22, 2023.

<sup>4)</sup> Transaction of the Chem. Soc. 1894, 269—290.

Beim Mangel anderer Kennzeichen könnte ja eine derartige thatsächlich nicht ganz correcte (siehe unten) Angabe zu einer vorläufigen Nichtidentificirung führen; beim Truxen liegt die Sache anders. Ein Kohlenwasserstoff, welcher die Zusammensetzung  $(C_9 H_6)^n$  besitzt, über  $360^0$  schmilzt<sup>1)</sup>, in den üblichen Lösungsmitteln äusserst unlöslich, etwas reichlicher nur in Chloroform, Anilin und Cumol löslich ist, in hellgelben Blättchen oder Nadeln krystallisirt, von reiner conc. Schwefelsäure und Salpetersäure 1.38 in der Kälte nicht gelöst oder sichtlich verändert wird, welcher bei der Oxydation mit Chromsäure in das wohlcharakterisirte Tribenzoylenbenzol übergeht, ist doch wohl so gut gekennzeichnet, dass ihn Jedermann leicht wiedererkennen kann, und dass, nach all' diesen von uns gemachten Angaben, kein Chemiker Hrn. Kipping in der Behauptung beipflichten wird: »with the exception of its conversion into tribenzoylenbenzole Liebermann & Bergami describe no specific property of truxene, by which it could be readily identified«.

Hr. Kipping hat ja überhaupt nur 2 weitere Kennzeichen seines Kohlenwasserstoffs beobachtet, die ich übrigens benutzt habe, um jeden Zweifel an der Identität desselben mit Truxen zu beseitigen<sup>2)</sup>. Zunächst das oben bereits erwähnte Verhalten gegen Salpetersäure von 1.38 spec. Gew. Sie lässt den Kohlenwasserstoff ungelöst, und auch Kipping giebt zu, dass sie ihn nur wenig angreift.

In der Kälte war dies, bei meinen daraufhin angestellten neueren Versuchen nach  $\frac{1}{2}$  Stunde noch nicht der Fall; selbst momentanes Erhitzen damit scheint das Truxen zu ertragen; bei einigem Kochen entwickeln sich aber allerdings schwach rothe Dämpfe und wird das immer unlöslich bleibende Product stickstoffhaltig. In diesem einen Punkte liegt in unserer früheren Angabe ein Irrthum vor, der vielleicht durch Anwendung etwas verdünnter Säure für den Kochversuch veranlasst war, da reine Salpetersäure (1.20 spec. Gew.) das reine Truxen auch beim Sieden nicht angreift.

Ferner fand Kipping zwar unsere Angabe, dass reine conc. Schwefelsäure den Kohlenwasserstoff nicht angreift, bestätigt, zugleich aber, dass die unreine englische Schwefelsäure, über deren Wirkung wir nichts angegeben hatten, eine Blaufärbung des Kohlenwasserstoffs veranlasst<sup>3)</sup>. Die letztere Färbung habe ich jetzt an meinem reinen

1) Den Schmelzpunkt habe ich jetzt genauer zu  $365-368^0$  bestimmt.

2) Eigentlich war dies nicht mehr nöthig, da Kipping's Truxengewinnung aus Hydrindon ja die, nur im benutzten Reagens etwas modificirte, Darstellungsmethode von Hausmann ist.

3) Die Färbung kommt, entgegen Kipping's Angabe, dass nur die feste Substanz sich färbe, auch der Schwefelsäurelösung zu, wie sich spektroskopisch feststellen lässt.

Truxen nicht nur mit englischer sondern auch mit reiner Säure beobachtet, nur tritt sie bei reiner Schwefelsäure erst nach längerer Zeit ( $\frac{1}{2}$ —1 Stunde) und sehr schwach auf.

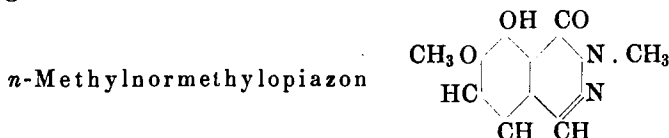
An der Identität von Kipping's Kohlenwasserstoff mit Truxen bleibt daher kein Zweifel übrig.

### 265. Victor Jacobson: Ueber einige Derivate des Opiazons.

(Eingegangen am 29. Mai.)

Gelegentlich ihrer Arbeit über das Opiazon haben Liebermann und Bistrzycki<sup>1)</sup> beiläufig angegeben, dass Opiazon, in starkem Alkali mit Jodmethyl erhitzt, eine zuerst im Wasser lösliche Verbindung giebt, aus welcher man nach wiederholtem Abdampfen mit Salzsäure ein in Nadeln krystallisirendes, bei  $138^{\circ}$  schmelzendes Methylproduct erhält. Da die Genannten indessen bald fanden, dass die Rohformel dieser Verbindung nicht dem Methylopiazon, sondern dem Opiazon entspricht, so veranlasste mich Hr. Prof. Liebermann, die Untersuchung dieser Verbindung wieder aufzunehmen.

Bei der Methylierung des Opiazons in der oben beschriebenen Weise erhielt ich die Verbindung vom Schmelzpunkt  $138^{\circ}$  leicht wieder. Nach wiederholtem Umkrystallisiren fand ich ihren Schmelzpunkt bei  $144^{\circ}$ . Diese Verbindung ist, wie aus dem Folgenden hervorgeht,



Dieselbe Verbindung entsteht auch beim Erhitzen von Opiazon in methylalkoholischer Lösung mit Methyljodid im Rohr auf  $120$ — $130^{\circ}$ . Der Inhalt des Rohres wird vom überschüssigen Methyljodid auf dem Wasserbade befreit, und etwa ausgeschiedenes Jod mit schwefliger Säure entfernt. Der zurückgebliebene, in kaltem Wasser unlösliche Körper, aus heissem Wasser umkrystallisirt, schmolz bei  $144^{\circ}$  und ergab:

Analyse: Ber. für  $C_{10}H_{10}N_2O_3$ .

Procente: C 58.25, H 4.85.

Gef. » » 58.37, » 4.91.

Die Analyse stimmt, wie die früheren des Hrn. Prof. Liebermann, sehr gut zur Formel des Opiazons oder eines Isomeren desselben.

<sup>1)</sup> Diese Berichte 26, 513.