

0.4336 g Sbst.: 0.0239 g = 1.056 Mol. Krystallwasser. — 0.3166 g Sbst.:  
0.0168 g = 1.015 Mol. Krystallwasser. — 0.3519 g Sbst.: 0.0744 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

C<sub>16</sub>H<sub>17</sub>O<sub>5</sub>S Na. Ber. Na 6.70, H<sub>2</sub>O 5.23.

Gef. » 6.86, » 5.51, 5.31.

Baryumsalz, [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>.CO.C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>.SO<sub>3</sub>]<sub>2</sub>Ba + 4 H<sub>2</sub>O.

Das in heissem Wasser leicht, in kaltem dagegen sehr schwer lösliche Salz bildet weisse Büschel von glänzenden Nadeln. Das lufttrockne Salz giebt oberhalb 100° vier Moleküle Wasser ab, sintert bei 248° und schmilzt bei 252°.

0.2898 g Sbst.: 0.0830 g BaSO<sub>4</sub>. — 0.3410 g Sbst.: 0.0300 g = 3.96 Mol. Krystallwasser. \*

C<sub>32</sub>H<sub>38</sub>O<sub>12</sub>S<sub>2</sub>Ba. Ber. Ba 16.80, H<sub>2</sub>O 8.84.

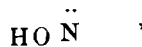
Gef. » 16.84, » 8.80.

### 579. E. Dehnel: Ueber α'-Phenyl-α-Stilbazol und α'-Phenyl-α-Oxystilbazol.

[Aus dem chemischen Institut der Universität Breslau.]

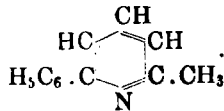
(Eingegangen am 3. December.)

Im Jahre 1895 gelang es M. Scholtz<sup>1)</sup>, von dem Oxim des Cinnamylacetons, (ε-Oximido-α-Phenyl-α γ-Hexadien)



ausgehend, durch Wasserabspaltung ein substituirtes Pyridin darzustellen.

Sowohl der Synthese nach, als auch durch schärfere Beweise, konnte er dieses als α'-Phenyl-α-Methylpyridin,



identificiren.

Als in α-Stellung methylirtes Pyridin musste es sich mit Aldehyden condensiren lassen, und ich wählte zu diesem Zwecke Benzaldehyd und Salicylaldehyd. Berechnete Mengen Base und Benzaldehyd wurden 5—6 Stunden auf 250—260° im Bombenrohre erhitzt. Der Röhreninhalt bildete nach dieser Zeit einen dicken Syrup, der mit verdünnter Salzsäure herausgespült und der Destillation mit

<sup>1)</sup> Diese Berichte 28, 1726.

Wasserdampf unterworfen wurde, damit der unveränderter Aldehyd entfernt wird. Nach dem Erkalten schied sich das salzsaure Salz des Condensationsproductes in dicken, gelben Flocken ab, die durch Umkrystallisiren aus verdünnter Salzsäure leicht von schmierigen Bestandtheilen getrennt werden können. Es wird dann mit Wasser überschichtet und mit Kali zerlegt. Die Base, die sich zuerst ölig abscheidet, erstarrt bald und wird durch Lösen in Alkohol und Fällen mit Wasser gereinigt.

$\alpha'$ -Phenyl- $\alpha$ -Stilbazol,  $C_6H_5 \cdot C_5H_5N \cdot CH:CH \cdot C_6H_5$ ,

bildet in reinem Zustande, aus verdünntem Alkohol umkrystallisirt, schöne, weisse Nadeln vom Schmp.  $79^\circ$ . Die Base ist leicht löslich in Aether, Benzol, Aceton, Alkohol, unlöslich in Wasser.

$C_{19}H_{15}N$ . Ber. C 88.72, H 5.84, N 5.45.

Gef. » 88.95, » 6.02, » 5.78.

Die Base löst sich in der Wärme leicht mit gelber Farbe in verdünnter Salzsäure und scheidet beim Erkalten in gelben Flocken das

#### salzsaure Salz

ab. Gelbe Blättchen aus Alkohol oder verdünntem Aceton.

Aus verdünnter Salzsäure umkrystallisirt, bildet es lange Nadeln. In frischem Zustande, lufttrocken, enthält es 4 Mol. Krystallwasser und schmilzt bei  $100^\circ$ .

$C_{19}H_{15}N \cdot HCl + 4H_2O$ . Ber. C 62.38, H 6.56.

Gef. » 62.61, » 6.85.

Es verwittert langsam an der Luft, schneller über Schwefelsäure. Der Krystallwassergehalt konnte nicht bestimmt werden, da im Trockenschrank bei  $100^\circ$  auch schon Salzsäure mit entweicht.

Das Golddoppelsalz fällt beim Versetzen der salzsauren Lösung der Base mit Goldchlorid ölig aus, erstarrt aber bald und wird aus Alkohol umkrystallisirt. Derbe, rothe Krystalle vom Schmp.  $179^\circ$ . In heissem Wasser ist es schwer löslich.

$C_{19}H_{15}N \cdot HCl \cdot AuCl_3$ . Ber. C 38.18, H 2.68, Au 33.02.

Gef. » 38.38, » 2.96, » 32.99.

Das Platindoppelsalz fällt als gelber, flockiger Niederschlag aus, der in verdünnter Salzsäure leicht löslich ist. Unlöslich in Aether und kaltem Alkohol. Schmp.  $220^\circ$ .

$(C_{19}H_{15}N \cdot HCl)_2PtCl_4$ . Ber. Pt 21.09. Gef. Pt 21.18.

Das Zinkdoppelsalz bildet gelbe, rundliche Krystalle, die in der Mitte gespalten erscheinen.

$(C_{19}H_{15}N \cdot HCl)_2ZnCl_2$ . Ber. C 63.03, H 4.42.

Gef. » 63.04, » 4.97.

Einwirkung von Brom auf  $\alpha'$ -Phenyl- $\alpha$ -Stilbazol.

Es mussten sich bei dieser, wie bei analog constituirten Basen<sup>1)</sup>, 2 Bromatome addiren lassen. Es wurde deshalb die Lösung der Base in Schwefelkohlenstoff mit der berechneten Menge Brom versetzt, und später, da sich nichts ausschied, mit einem Ueberschusse an Brom. Nachdem einige Zeit auf dem Wasserbade erwärmt worden war, schied sich beim Erkalten eine dichte Krystallmasse ab, die mit Schwefelkohlenstoff und Aether gewaschen wurde. Es waren kleine, schwach rosa gefärbte, sechsseitige Täfelchen vom Schmp. 172°. Die Analyse stimmte aber nicht auf den erwarteten, sondern annähernd auf einen Körper, der 5 Bromatome enthielt. Vielleicht lag das bromwasserstoffsaure Salz eines Dibromids vor, das noch 2 Bromatome additionell am Stickstoff gebunden enthielt.

$C_{19}H_{15}N.Br_4.HBr$ . Ber. C 34.65, H 2.43, Br 60.79.  
Gef. » 34.85, » 2.81, » 61.90.

Dieser Körper löste sich mit schwach brauner Farbe in Alkohol; beim Kochen wurde die Lösung farblos und schied beim Erkalten das

$\alpha'$ -Phenyl- $\alpha$ -Stilbazoldibromid,  
 $C_6H_5.C_6H_5N.CHBr.CHBr.C_6H_5$ ,

aus. Weisse, glänzende Blättchen. Schmp. 190°. Leicht löslich in heissem Alkohol, Aceton, unlöslich in Wasser.

$C_{19}H_{15}NBr_2$ . Ber. C 54.69, H 3.60.  
Gef. » 54.72, » 4.03.

Reduction des  $\alpha'$ -Phenyl- $\alpha$ -Stilbazols.

Die Base wurde nach der Ladenburg'schen Methode mit Natrium und Alkohol reducirt. Das Reactionsproduct wird mit viel Wasser zersetzt, worauf sich die Base ölig abscheidet und leicht abgehoben werden kann. Zur Trennung von unveränderter Ausgangsbase wird das Oel in heisser, verdünnter Salzsäure gelöst; beim Erkalten scheidet sich das salzsaure Salz des  $\alpha'$ -Phenyl- $\alpha$ -Stilbazols in den charakteristischen gelben Blättchen ab, während das viel leichter lösliche Salz der reducirten Base erst beim Einengen der Mutterlauge ausfällt.

Salzsaures  $\alpha'$ -Phenyl- $\alpha$ -Stilbazolin,  
 $C_6H_5.C_6H_5N.CH_2.CH_2.C_6H_5.HCl$ .

Kleine, weisse, sternförmig gruppirte Nadelchen beim Unkrystallisiren aus Wasser. Es beginnt sich bei 160° zu bräunen und zersetzt sich bei 200°. Wurde zur Analyse auf dem Wasserbade getrocknet.

$C_{10}H_{23}N.HCl$ . Ber. C 75.62, H 7.96.  
Gef. » 75.39, » 8.14.

<sup>1)</sup> Diese Berichte 20, 2719: 21, 818.

Mit Kali wurde aus dem Salz die Base in Freiheit gesetzt; sie konnte aber nicht zum Erstarren gebracht werden und bildete einen weissen Syrup.

Das Platindoppelsalz der reducirten Base fällt beim Versetzen der salzsauren Lösung der Base mit Platinchlorid in rothgelben Flocken aus. Leicht löslich in Alkohol und heissem salzsäurehaltigem Wasser. Es schmilzt bei 155—156°.

#### Einwirkung von Salicylaldehyd auf $\alpha'$ -Phenyl- $\alpha$ -Methylpyridin.

Es wurde genau in derselben Weise verfahren, wie bei der Einwirkung von Benzaldehyd, nur wurden die Röhren hier 8—10 Stdn. auf 200° erhitzt. Nach dem Verjagen des unveränderten Aldehyds scheidet sich das salzsaure Salz des Condensationsproductes beim Erkalten in kleinen gelben Nadelchen ab. Mit Kali wird daraus die Base in Freiheit gesetzt, die gleich fest, in weissen Flocken ausfällt.

#### $\alpha'$ -Phenyl- $\alpha$ -*o*-Oxystilbazol, $C_6H_5.C_3H_2N.CH:CH.C_6H_4(OH)$ .

Aus Alkohol oder besonders gut aus Benzol umzukrystallisiren. Kleine, weisse Nadeln, die in kugeligen Aggregaten vereinigt sind. Der Schmelzpunkt liegt bei 138°.

$C_{19}H_{15}NO$ . Ber. C 83.52, H 5.49.

Gef. » 83.41, » 5.91.

#### Salzsaures $\alpha'$ -Phenyl- $\alpha$ -*o*-Oxystilbazol.

Die Base löst sich mit gelber Farbe in heisser, verdünnter Salzsäure; beim Erkalten fällt das salzsaure Salz in kleinen, dunkelgelben Nadeln aus. Leicht löslich in Alkohol und Aceton. Schmp. 126—127°.

$C_{19}H_{15}NO.HCl + H_2O$ . Ber. C 69.62, H 5.50.

Gef. » 69.90, » 5.71.

Das Golddoppelsalz bildet, aus verdünntem Alkohol unkrySTALLISIRT, braunrothe Nadeln. Schmp. 189°. Es ist in heisser, verdünnter Salzsäure leicht löslich und sehr leicht zersetzlich.

$C_{19}H_{15}NO.HCl.AuCl_3$ . Ber. Au 32.18. Gef. Au 32.45.

Das Platindoppelsalz fällt amorph aus und wird mit Alkohol und Aether gewaschen. In heissem Wasser ziemlich leicht löslich. Schmp. 190°.

Bei der Einwirkung von Brom auf die Base resultirte wieder ein Körper, der 5 Bromatome addirt hatte, statt des erwarteten Dibromides. Er wurde aber vorläufig noch nicht näher untersucht.