

18. A. Ladenburg: Ueber ein bei der Darstellung von α -Stilbazol sich bildendes Nebenproduct.

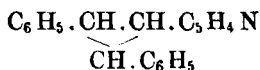
(Eingegangen am 16. December 1902.)

Bei der Darstellung von α -Stilbazol im grösseren Maassstabe, wobei das Verfahren von Baurath¹⁾ innegehalten wurde, jedoch mit der Abänderung, dass dem Gemenge von Benzaldehyd und α -Picolin eine grössere Menge Chlorzink zugesetzt wurde (und zwar auf je 25 g α -Picolin und 28.5 g Benzaldehyd, 1 Mol. zu 1 Mol., 6 g Chlorzink), wurde bemerkt, dass beim Auflösen des vom unverändert gebliebenen α -Picolin und Benzaldehyd befreiten α -Stilbazols in Alkohol ein beträchtlicher Rückstand blieb, der in Alkohol viel schwerer löslich war als das α -Stilbazol. Nachdem dieser Rückstand mehrere Male mit Alkohol ausgekocht worden war, um die letzten Reste der Base zu entfernen, wurde er aus heissem Benzol mehrmals umkrystallisirt, wobei ein schneeweisser Körper erhalten wurde, mit schwach violetter Fluorescenz, welche in concentrirter Benzollösung besonders schön zu Tage trat. Schmp. 164°. Diese neue Base ist in Wasser unlöslich, in Alkohol sehr schwer löslich, sehr leicht löslich in Eisessig. In Aether mässig löslich.

Die Elementaranalyse dieses Productes ergab die empirische Formel $C_{20}H_{17}N$. Zur Analyse wurde die Substanz aus Benzol umkrystallisirt und bei 100° getrocknet.

$C_{20}H_{17}N$. Ber. C 88.56, H 6.27, N 5.17.
Gef. » 88.20, 88.23, » 6.16, 5.98, » 5.18.

Da die Verbindung kein Brom addirt, so erscheint in Anbetracht der Bildung des Körpers die folgende Formel wahrscheinlich:



Es wäre demnach ein Diphenyl-Pyridyl-Trimethylen. Zur weiteren Charakteristik des Körpers wurde ein salzsaures Salz desselben dargestellt und zwar, da die Base auch in concentrirter Salzsäure nicht löslich ist, in der Weise, dass in die Benzollösung der Base trocknes Salzsäuregas eingeleitet wurde. Es fiel einhellgelber, krystallinischer Niederschlag aus, welcher abgesaugt, mit Aether gewaschen und getrocknet wurde. Ein genauer Schmelzpunkt konnte nicht beobachtet werden. Das Salz beginnt bei 180° zusammenzufallen und sich zu bräunen, ist aber bei 220° noch nicht ganz geschmolzen. Eine Verbrennung stimmte auf die Formel: $C_{20}H_{17}N \cdot HCl$.

¹⁾ Diese Berichte 20, 2719 [1887]; 21, 818 [1888].

$C_{20}H_{18}NCl$. Ber. C 78.05, H 5.85.
Gef. » 78.37, » 5.89.

Dieses Salz lässt sich aus heissem Alkohol umkrystallisiren und kommt aus diesem Lösungsmittel in schönen Nadelchen heraus. Es wurde festgestellt, dass die Base auch andere Salze, so z. B. ein schwefelsaures, ein Quecksilberdoppelsalz, Goldsalz und Platinsalz liefert, jedoch wurden diese Salze nicht näher untersucht. Leicht erhältlich ist das Nitroproduct der Base, welches durch rauchende Salpetersäure dargestellt wurde, wobei es auf Zusatz von Wasser als gelbbrauner, krystallinischer Niederschlag ausfällt. Da es in den üblichen Lösungsmitteln sehr schwer löslich ist, so wurde es mit Wasser gewaschen und getrocknet. Schmp. 112° . Eine Stickstoffbestimmung zeigte, dass zwei Nitrogruppen, wie auch erwartet, eingetreten waren.

$C_{20}H_{15}(O_2N)_2N$. Ber. N 12.76. Gef. N 12.89.

Bei diesen Versuchen wurde ich von meinem Assistenten Dr. Bach in dankenswerther Weise unterstützt.

19. Albert Ladenburg und Emanuel Kroener: Ueber Derivate des α -Stilbazols.

[Aus dem chemischen Institut der Universität Breslau.]

(Eingegangen am 16. December 1902.)

Im Jahre 1887 hatte Baurath in dem Laboratorium des Einen von uns aus α -Picolin und Benzaldehyd das α -Stilbazol¹⁾ und daraus einige Derivate, wie das Dihydrostilbazol, das Dibromid, Dijodid etc., dargestellt. Wir haben jetzt weitere Abkömmlinge dieser Base erhalten, wobei wir vom α -Stilbazol-Dibromid ausgingen. Nach den Angaben Baurath's stellten wir das α -Stilbazol dar, mit der Modification, dass, nachdem der Ueberschuss des Benzaldehyds entfernt war, das Condensationsproduct mehrmals mit verdünnter Salzsäure ausgekocht und filtrirt wurde. Dadurch wurde eine bedeutend schnellere Trennung von den anhaftenden Schmierer erreicht. Etwas eingeengt, krystallisirte das salzsaure Salz in schönen, langen, wasserhellen, kugelig gelagerten Krystallnadeln aus. Die Base wurde aus der wässrigen Lösung des salzsauren Salzes durch Natronlauge ge-

¹⁾ Diese Berichte 20, 818 [1887].