

Krystallisirt man den 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon-[4-azo-*p*-phenylendiamin-azo-4]-benzoylessigester aus viel siedendem Alkohol um, so schmilzt er bei 203°. Concentrirte Schwefelsäure und verdünnte Aetzlaugen nehmen ihn mit rother Farbe auf.

0.1451 g Sbst.: 0.3461 g CO₂, 0.0629 g H₂O. — 0.1637 g Sbst.: 24.6 ccm N (18°, 734 mm). — 0.1086 g Sbst.: 16.2 ccm N (21°, 738 mm).

C₂₇H₂₄O₄N₆. Ber. C 65.30, H 4.80, N 16.9.

Gef. » 65.05, » 4.86, » 17.0, 16.82.

1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon-[4-azo-*p*-phenylendiamin-azo-4]-1.3-diphenyl-5-pyrazolon.

4 g 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon-[4-azo-*p*-phenylendiamin-azo-4]-benzoylessigester wurden in eisessigsaurer Lösung mit 1 g Phenylhydrazin zu kuppeln versucht. Wir gelangten auffallender Weise auf diese Art nicht zum Ziel, da das Ausgangsmaterial grösstentheils unverändert wieder zurückgewonnen wurde. Die Condensation gelang erst, als wir den Ester mit überschüssigem Phenylhydrazin ohne Verdünnungsmittel längere Zeit, zum Sieden erhitzen. Aus dieser Lösung hatten sich am nächsten Tage rothbraune Krystalle abgeschieden, die, abgenutscht, mit Alkohol gewaschen wurden. Die Verbindung zeigt alle Eigenschaften des auf umgekehrtem Wege erhaltenen und weiter vorn beschriebenen Körpers.

0.1410 g Sbst.: 0.3550 g CO₂, 0.0565 g H₂O. — 0.1221 g Sbst.: 22.5 ccm N (17°, 735 mm).

C₃₁H₂₄O₂N₈. Ber. C 68.75, H 4.4, N 20.7.

Gef. » 68.66, » 4.5, » 21.0.

618. Carl Friedheim: Zur quantitativen Trennung des Berylliums und Aluminiums.

Eingegangen am 6. November 1906.)

Als »neu« schlägt B. Glassmann¹⁾ die folgende Trennungsmethode für Aluminium und Beryllium vor: »Die möglichst neutrale Lösung der Chloride oder Sulfate wird mit überschüssigem Natriumthiosulfat bis zum vollständigen Austreiben des Schwefeldioxyds gekocht, nach halbstündigem Erwärmen auf dem Wasserbade »die mit Schwefel ver-

¹⁾ Diese Berichte 39, 3366 [1906].

menge Thonerde« abfiltrirt, ausgewaschen und verglüht. Das Beryllium bleibt quantitativ im Filtrate.«

Hierzu ist Folgendes zu bemerken: Diese Methode ist nicht neu, denn Joy hat bereits²⁾ die von Chancel³⁾ zur Trennung des Aluminiums von Eisen benutzte Fällbarkeit des Ersteren durch Natriumthiosulfat auf Aluminium und Beryllium übertragen, erhielt jedoch unbefriedigende Ergebnisse. Später hat dann A. Zimmermann⁴⁾ unter meiner Leitung die verschiedenen Methoden zur Trennung beider Elemente revidirt und kommt bei einer Nachprüfung des Vorschlages von Joy zu dem Ergebniss, »dass recht gute Resultate erzielbar seien, falls Aluminium und Beryllium in ungefähr gleichen Mengen vorhanden seien«.

Ich gebe hier die in Betracht kommenden Zahlen wieder:

Ber. Be 0.2525, 0.0511, Al 0.1992, 0.0542.

Gef. » 0.2530, 0.0509, » 0.1984, 0.0548.

Auch bei Glassmann werden fast gleiche Gewichtsmengen beider Stoffe benutzt: seine Resultate bestätigen also nur Altbekanntes. —

Es muss ferner noch bemerkt werden, dass der aus Aluminiumsalzen durch Thiosulfat erhaltene Niederschlag nicht aus »Thonerde und Schwefel« besteht⁵⁾, sondern vermuthlich ein Gemenge von beiden mit basischem Aluminium-Sulfat und -Sulfid ist: A. Zimmermann fand in ihm 14 Mol. Aluminiumtrioxyd, 5 Mol. Schwefeltrioxyd und 3 Mol. Schwefeldioxyd.

Bern. Anorganisches Laboratorium der Universität, 5. November 1906.

²⁾ Journ. für prakt. Chem. [1] 92, 235 [1864]; als Auszug der Originalarbeit in: Sill. Amer. Journ. [2] 36, 83 [1863].

³⁾ Compt. rend. 46, 987 [1858].

⁴⁾ Inauguraldissertation, Berlin 1887; im Auszuge: Zeitschr. für analyt. Chem. 27, 62 [1888].

⁵⁾ Dies wird auch von Chancel und Gibbs (vergl. Zeitschr. für analyt. Chem. 3, 391 [1864]) angenommen.