

0.1000 g Sbst.: 22.2 ccm N (18°, 768).

$C_4H_5N_3 \cdot C_6H_5O_7N_3$. Ber. N 25.98. Gef. N 25.79.

Das Quecksilberchloridsalz fällt in weißen, zu Büscheln vereinigten, spießförmigen Nadeln aus; auch mit Silbernitrat erzeugt die Lösung des Amins einen voluminösen, weißen Niederschlag von flockigen, feinen Nadelchen.

Mit Chloroform und Kali behandelt, gibt das Amidopyrazin deutlich die Isonitrilreaktion.

700. Martin Löwensohn: Über Kondensation von γ -Picolin mit *o*-Nitrobenzaldehyd.

[Aus dem Landw.-technolog. Institut der Universität Breslau.]

(Eingegangen am 27. November 1907.)

5 g γ -Picolin und 6 g *o*-Nitrobenzaldehyd wurden mit 5 g frisch geschmolzenem Chlorzink in ein Bombenrohr eingeschlossen und 9—10 Stunden auf 170—180° erhitzt. Das Reaktionsprodukt wurde durch Erwärmen mit verdünnter Salzsäure aus dem Rohr gespült; es wurde der nicht verbrauchte Aldehyd abgetrieben, dann wurde alkalisch gemacht und das γ -Picolin übergetrieben. Nach kurzer Zeit schied sich das *o*-Nitro- γ -stilbazol ab. Dasselbe wurde aus Alkohol umkrystallisiert. Schmp. 98—100°.

0.1118 g Sbst.: 0.2838 g CO₂, 0.05 g H₂O.

$C_{13}H_{10}N_2O_2$. Ber. C 68.97, H 4.46.

Gef. > 69.24, > 5.00.

Die Base ist in Wasser unlöslich, löslich in Alkohol, Äther, Benzol und Chloroform.

Das salzsaure Salz entsteht auf Zusatz alkoholischer Salzsäure zur Base. Schmp. 191—192°.

0.0854 g Sbst.: 0.1148 g Ag Cl.

$C_{13}H_{11}N_2O_2Cl$. Ber. Cl 13.5. Gef. Cl 13.27.

Das salpetersaure Salz scheidet sich auf Zusatz von stark verdünnter Salpetersäure zur alkoholischen Lösung des Stilbazols ab. Schmp. 95°.

0.1571 g Sbst.: 0.3086 g CO₂, 0.0551 g H₂O.

$C_{13}H_{10}N_2O_2 \cdot HNO_3$. Ber. C 53.94, H 3.86.

Gef. > 53.57, > 3.92.

Das schwefelsaure Salz wird mit verdünnter Schwefelsäure gewonnen. Schmp. 110°.

0.2095 g Sbst.: 0.1548 g Ba SO₄.

$C_{13}H_{10}N_2O_2 \cdot H_2SO_4$. Ber. SO₄ 9.84. Gef. SO₄ 10.11.

Das Platindoppelsalz schmilzt bei 206°.

0.1264 g Sbst.: 0.0296 g Pt.

$C_{26}H_{22}N_4O_4PtCl_6$. Ber. Pt 22.6. Gef. Pt 22.94.

Das Golddoppelsalz schmilzt bei 215°.

0.1518 g Sbst.: 0.0526 g Au.

$C_{18}H_{10}N_2O_2 \cdot HAuCl_4$. Ber. Au 34.83. Gef. Au 34.65.

Das Quecksilberdoppelsalz schmilzt bei 175—176°.

0.1067 g Sbst.: 0.0463 g HgS.

$C_{13}H_{11}N_2O_2 \cdot Cl \cdot HgCl_2$. Ber. Hg 37.48. Gef. Hg 37.39.

Das Pikrat erhält man bei Zusatz einer alkoholischen Pikrinsäurelösung zur alkoholischen Lösung der Base. Schmp. 198°.

0.1298 g Sbst.: 0.237 g CO_2 , 0.0312 g H_2O .

$C_{19}H_{13}N_5O_9$. Ber. C 50.09, H 2.86.

Gef. » 49.79, » 2.69.

o-Amido- γ -stilbazol. 5 g *o*-Nitro- γ -stilbazol wurden mit 150 g Salzsäure, 25 g Wasser und 8 g granuliertem Zinn 8—10 Stunden gekocht. Nach dem Erkalten schied sich das Zinndoppelsalz aus; dasselbe wurde mit Schwefelwasserstoff zersetzt, das Zinnsulfür wurde abfiltriert, der Schwefelwasserstoff verjagt und mit Kali übersättigt. Die Base verwandelte sich sofort in kohlensaures Salz. Schmp. 76°.

0.118 g Sbst.: 0.3149 g CO_2 , 0.0596 g H_2O .

$[C_{13}H_{12}N_2]_2 \cdot H_2CO_3$. Ber. C 73.01, H 5.65.

Gef. » 72.79, » 5.51.

Das salzsaure Salz wurde aus dem Zinndoppelsalz dargestellt. Es bildet Nadeln vom Schmp. 205°.

0.116 g Sbst.: 0.1218 g AgCl.

$C_{13}H_{12}N_2 \cdot 2HCl$. Ber. Cl 26.35, Cl 26.00.

Das schwefelsaure Salz wird aus Wasser umkrystallisiert. Schmp. 140°.

0.1366 g Sbst.: 0.1127 g $BaSO_4$.

$C_{13}H_{14}N_2SO_4$. Ber. SO_4 32.63. Gef. SO_4 32.57.

Das Zinndoppelsalz wird aus Wasser umkrystallisiert. Schmp. 155°.

0.1614 g Sbst.: 0.1394 g CO_2 , 0.0374 g H_2O .

$C_{13}H_{14}N_2SnCl_2$. Ber. C 23.89, H 2.18.

Gef. » 23.56, » 2.59.

Das Platindoppelsalz schmilzt bei 238°.

0.0813 g Sbst.: 0.0261 g Pt.

$C_{13}H_{14}N_2PtCl_6$. Ber. Pt 32.16. Gef. Pt 32.1.

5 g *o*-Nitro-*p*-stilbazol wurden mit 25 g rauchender Jodwasserstoffsäure unter Zugabe von etwas rotem Phosphor in einem Bombenrohr 3—4 Stunden auf 150° erhitzt. Das Reaktionsprodukt wurde mit festem Kali versetzt und ausgeäthert. Beim Verdunsten des Äthers schied sich das *o*-Amido-dihydro- γ -stilbazol in kleinen, weißen Nadeln ab. Schmp. 76°.

0.1576 g Sbst.: 0.457 g CO₂, 0.1006 g H₂O.

C₁₃H₁₄N₂. Ber. C 78.70, H 7.13.

Gef. > 79.08, > 7.14.

Die Base ist unlöslich in Wasser, löslich in Alkohol, Äther und Chloroform.

Das salzsaure Salz hat den Schmp. 247°.

0.1797 g Sbst.: 0.188 g AgCl.

C₁₃H₁₄N₂·2HCl. Ber. Cl 26.16. Gef. Cl 25.87.

Das Pikrat wird aus Wasser und Alkohol umkrystallisiert; der Schmelzpunkt liegt über 300°.

0.1226 g Sbst.: 0.2389 g CO₂, 0.042 g H₂O.

C₁₉H₁₇N₃O₇. Ber. C 53.37, H 3.98.

Gef. > 53.14, > 3.83.

Das *o*-Amido- γ -stilbazol wurde diazotiert und in eine alkalische Lösung von β -Naphthol hineingegossen; nach einiger Zeit wurde mit Salzsäure angesäuert, worauf ein roter Farbstoff ausfiel, der aus Alkohol umkrystallisiert wurde. Er färbt Seide, Wolle und Baumwolle rot. Es ist das salzsaure Salz des γ -Stilbazol-*o*-azo- β -naphthols.

0.072 g Sbst.: 0.1906 g CO₂, 0.029 g H₂O.

C₂₃H₁₄N₃OCl. Ber. C 71.19, H 4.65.

Gef. > 71.80, > 4.48.

Die obige Diazoverbindung wurde mit β -Naphthodisulfosäure (G) gekuppelt; durch Aussalzen schied sich ein dunkelroter Farbstoff aus, der Seide, Wolle und Baumwolle dunkelrot färbte. Es ist das Dinatriumsalz der γ -Stilbazol-*o*-azo- β -naphthol-disulfosäure.

0.1309 g Sbst.: 0.0321 g Na₂SO₄.

C₂₃H₁₅N₃S₂O₇Na₂. Ber. Na 8.3. Gef. Na 7.95.

Salzsaures Salz des γ -Stilbazol-*o*-azo-resorcins; die obige Diazolösung wurde mit Resorcin in alkalischer Lösung gekuppelt. Nach einiger Zeit wurde die Lösung mit Salzsäure angesäuert, worauf sich der Farbstoff abschied. Er wurde aus verdünntem Alkohol umkrystallisiert.

0.1552 g Sbst.: 0.3671 g CO₂, 0.0632 g H₂O.

C₁₅H₁₆N₃O₂Cl. Ber. C 64.50, H 4.56.

Gef. > 64.49, > 4.50.

Der Farbstoff ist in Wasser löslich; seine Lösung färbt Seide gelb, Wolle und Baumwolle gelbbraun.

Natriumsalz des γ -Stilbazol-*o*-azo-nitro- α -naphthols (*para*); das α -*p*-Nitronaphthol wurde in Natronlauge gelöst und die obige Diazolösung unter Umrühren hineingegossen. Nach einigem

Stehen schied sich der Farbstoff aus. Seine Lösung färbte Seide gelb, Wolle und Baumwolle dunkelgelb.

0.1552 g Sbst.: 0.0028 g NaSO₄.

C₂₂H₁₅N₄O₂Na. Ber. Na 5.52. Gef. Na 5.53.

Natriumsalz der γ -Stilbazol-*o*-azo- β -naphthol-monosulfosäure (Schäffersche Säure); der Farbstoff schied sich in roten Flocken ab und wurde aus Alkohol umkrystallisiert. Seine Lösung färbt Seide, Wolle und gebeizte Baumwolle gelbbraun.

0.132 g Sbst.: 0.0217 g Na₂SO₄.

C₂₃H₁₆N₃SO₄Na. Ber. Na 5.10. Gef. Na 5.33.

Natriumsalz des γ -Stilbazol-*o*-azo- α -naphthols, aus der obigen Diazolösung und α -Naphthol in Natronlauge. Der Farbstoff schied sich nach kurzer Zeit in Blättchen ab. Seine Lösung färbt Seide wie Wolle hellgelb.

0.1222 g Sbst.: 0.0231 g NaSO₄.

C₂₃H₁₇N₃ONa. Ber. Na 6.17. Gef. Na 6.24.

Natriumsalz der γ -Stilbazol-*o*-azo- α -naphthol-monosulfosäure; aus der obigen Diazolösung und α -Naphthol-monosulfosäure in Natronlauge. Gelber Farbstoff.

0.1235 g Sbst.: 0.0201 g Na₂SO₄.

C₂₃H₁₆N₃SO₄Na. Ber. Na 5.1. Gef. Na 5.28.

701. Al. Faworsky und I. Borgmann: Zur Frage über isomere Umwandlungen.

(Eingegangen am 25. November 1907.).

Über Methylen-cyclohexan.

Die Reaktionen Grignards einerseits und die Versuchsbedingungen andererseits, welche Sabatier zur Reduktion von aromatischen Verbindungen zu hexahydroaromatischen ausgearbeitet hatten, haben ein weites Feld von Untersuchungen im Gebiet der Terpene und der ihnen verwandten Verbindungen eröffnet und eine Reihe von Arbeiten hervorgerufen, welche die Aufklärung der Konstitution derartiger Verbindungen zum Zweck hatten. Zu denselben gehören unter anderen die Untersuchungen über die Konstitution der Kohlenwasserstoffe C₇H₁₂ mit einem sechsgliedrigen Kohlenstoffring (die Heptanaphthylene). Die vorliegende Untersuchung betrifft einen dieser Kohlenwasserstoffe, nämlich das Methylen-cyclohexan, und zeigt unter anderem, wie vorsichtig man bei der Lösung von Fragen über die