

letzteren getrennt. Man löst ihn in Wasser und fällt das Chlorhydrat des Pyrogallol-sulfonsäure-äthanolamin-anhydrids durch allmähliches Zufügen von konz. Salzsäure aus, wobei der zuerst ausfallende Anteil verworfen wird. Die weitere Reinigung geschieht durch Auflösen in Wasser und Wiederausfällen mit Salzsäure.

Chlorhydrat: Es bildet schwach gelbliche Kryställchen, welche, im Exsiccator getrocknet, $1\frac{1}{2}$ Mol. Krystallwasser enthalten. In Wasser ist es leicht, in starker Salzsäure schwer löslich. Mit FeCl_3 erhält man eine blauschwarze Farbenreaktion. Der Geschmack ist schwach säuerlich, zusammenziehend. Ausbeute 3.5 g aus 5 g Pyrogallol. 0.2026 g Subst. verloren bei 100° 0.0187 g und gaben 0.0878 g AgCl .

$\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_6\text{SNCl} + 1\frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$. Ber. H_2O 8.7, Cl 11.43. Gef. H_2O 9.2, Cl 10.72.

Freie Base. Sie wird, gemäß der hier angenommenen Lactonformel, aus der wäßrigen Lösung des Chlorhydrats durch Ammoniak ausgefällt. Man erhält farblose, in Wasser schwer lösliche Krystalle.

340. R. Zsigmondy und D. G. R. Bonnell: Über die Aluminiumhydroxyd-Gele nach Willstätter, Kraut und Mitarbeitern. (Vorläufige Mitteilung).

(Eingegangen am 4. August 1927.)

Es ist das große Verdienst von Willstätter, Kraut und Mitarbeitern, auf das Vorhandensein von Hydraten in Gelen der kolloiden Oxyde hingewiesen zu haben. Von den Gelen der Tonerde wurden Präparate hergestellt, die chemisch verschieden sind und zudem auffallende Verschiedenheiten im Verhalten bei der Adsorption von Farbstoffen und Enzymen zeigen.

Von den zahlreichen Präparaten, welche die genannten Autoren hergestellt haben, wählten wir für die kolloidchemische Charakterisierung die Präparate C, B und A. Die Herstellung derselben können wir als bekannt voraussetzen. Wir hielten uns an die Vorschriften, welche B. 57, 1088—1089 [1924] zitiert sind.

Präparat C,

das aus schwach ammoniakalischer Lösung bei 60° gewonnen wird, zeigt sich geradeso wie bei Willstätter und Mitarbeitern¹⁾ chemisch sehr aktiv, ist in verd. Salzsäure leicht löslich und wird bei gewöhnlicher Temperatur leicht zu Aluminiumchlorid gelöst, ohne sich zu peptisieren.

Dieses Präparat macht zunächst durchaus den Eindruck, als ob es ein Brei aus ultramikroskopischen Kryställchen sei. Die röntgenographische Untersuchung von Rinne und Hentschel zeigte aber keine genügend deutlichen Röntgen-Diagramme²⁾.

¹⁾ In dieser Abhandlung mit W. bezeichnet.

²⁾ Hrn. Prof. Rinne sprechen wir für seine Mitteilung unseren besten Dank aus.

Eine Aufnahme nach Debye-Scherrer ließ auf dem Zylinder-Film Andeutungen von verwaschenen Linien erkennen. Drei davon ließen sich ungefähr ausmessen mit folgenden, natürlich nur angenäherten Werten³⁾:

Nr.	Linien-Abstand	daraus berechnete Gitter-Konstante
1	4.7 cm	d = 3.3 Ångström-Einheiten
2	6.7 cm	d = 2.4 „
3	8.6 cm	d = 1.8 „

Präparat B,

dieses nach W. in seiner Zusammensetzung schwankende Präparat, läßt sich nach W.s Angaben peptisieren. Wir konnten eine eigentliche Peptisation nicht beobachten, fanden aber, daß durch Einwirkung geringer Mengen Salzsäure (die zur Bildung von AlCl_3 nicht ausreicht) bei der Betrachtung im Ultramikroskop ein allmähliches Blasserwerden der in der ursprünglichen Suspension des Präparats B enthaltenen submikroskopischen Teilchen zu bemerken war. Die Teilchenzahl vermehrte sich durchaus nicht, wie es bei einer echten Peptisation stets der Fall ist. Im übrigen verhält es sich ungefähr so, wie es W. beschrieben haben.

Präparat A,

dieses in verd. Salzsäure unlösliche Präparat, ist kolloidchemisch außerordentlich interessant. Es ist ausgezeichnet peptisierbar, selbst im Verhältnis von 200 Äquivalenten $\text{Al}(\text{OH})_3$: 1 Äquivalent HCl. Es besteht offenbar aus Sekundärteilchen, die bei Einwirkung von Spuren von Salzsäure in eine Unzahl von kleinen ultramikroskopischen (zum Teil sogar amikroskopischen) Teilchen zerfallen. Das auf diese Weise gewonnene Hydrosol läßt sich zu einer dicken Flüssigkeit eindampfen und verhält sich dann etwa wie ein mineralisches Gummi, ist also sehr hydrophil. Es läßt sich zu einer glas-artigen Masse eintrocknen, die im Wasser vollkommen löslich ist. Dieses Hydrosol ist u. a. sehr leicht durch Elektrolyte, sogar durch Säuren fällbar, verhält sich also trotz seiner Lyophilie ähnlich wie die Metaoxyde von Graham. Der Säure-Überschuß, welchen Willstätter, Kraut und Mitarbeiter seinerzeit verwendeten, hat offenbar bewirkt, daß das bei Einwirkung geringer Mengen von HCl sich bildende Hydrosol übersehen wurde.

Zusammenfassend können wir sagen, daß das Präparat C, als Kolloid betrachtet, sehr grobteilig ist⁴⁾, daß es sich bei Einwirkung verd. Salzsäure allmählich zu Aluminiumchlorid löst, aber nicht peptisiert wird.

³⁾ Nach brieflicher Mitteilung von Rinne und Hentschel. — Hr. W. Biltz, der die Präparate α , β und γ nach dem Trocknungsverfahren mit flüssigem Ammoniak (vergl. W. Biltz: Vortrag vor der Hauptversammlung der Bunsen-Gesellschaft 1927) untersuchen ließ, teilt mir diesbezüglich Folgendes mit: α und γ hatten nach Analysen von Lehrer eine Zusammensetzung, welche der Formel $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ entsprach. β enthielt etwas weniger Wasser und zeigte bei der Röntgen-Aufnahme sehr schöne Bauxit-Struktur. α hingegen ließ undeutliche Bauxit-Struktur erkennen.

⁴⁾ Die zunächst noch hypothetischen submikroskopischen Kryställchen könnten vielleicht Poren von molekularen Dimensionen enthalten.

Präparat A ist im Gegensatz zu C ausgezeichnet zu echten Hydrosolen peptisierbar, enthält daher sehr kleine Protone (Primärteilchen⁵⁾), welche, wenn sie in sehr großer Anzahl zu Sekundärteilchen vereinigt sind, die bekannte Suspension des Präparats A bilden.

Eine ausführlichere Mitteilung wird Dr. Bonnell an anderer Stelle geben. Die Arbeit wird fortgesetzt.

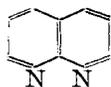
Institut für anorgan. Chemie d. Universität Göttingen.

341. Georg Koller: Über das 1.8-Naphthyridin.

[Aus d. II. Chem. Institut d. Universität Wien.]

(Eingegangen am 1. August 1927.)

In einer unlängst erschienenen Arbeit¹⁾ berichtete ich über die Reduktion des 2.4-Dichlor-1.8-naphthyridins und über das Goldsalz der entchlorten Base. Die Darstellung des 1.8-Naphthyridins (s. nebenstehende Formel) selbst mußte ich wegen Materialmangels einstweilen unterlassen. Da sich aus dem Goldsalz die freie Base nur äußerst umständlich gewinnen ließ, wandte ich mich wieder den Versuchen zu, mit Hilfe der fraktionierten Destillation im Vakuum den Stoff aus dem durch katalytische Reduktion des 2.4-Dichlor-1.8-naphthyridins erhaltenen Basengemisch zu isolieren. Es ließ sich auch tatsächlich unter Beobachtung gewisser Versuchsbedingungen das freie 1.8-Naphthyridin, dessen Existenz durch das l. c. beschriebene Goldsalz bereits erwiesen war, wenn auch mit schlechten Ausbeuten, erhalten. Es dürfte nun keine weiteren prinzipiellen Schwierigkeiten bereiten, von den verschiedenen Amino-pyridin-carbonsäuren mit benachbarter Stellung der Carboxylgruppe und des Aminorestes ausgehend, durch Kondensation mit Malonester Derivate der möglichen Isomeren des 1.8-Naphthyridins zu gewinnen.



Beschreibung der Versuche.

1.8-Naphthyridin.

10.5 g des wie früher²⁾ erhaltenen 2.4-Dichlor-1.8-naphthyridins wurden wiederum katalytisch hydriert und so 4.2 g Rohbase gewonnen. Das Gemisch, welches aus 1.8-Naphthyridin, noch chlor-haltigen Produkten und bereits hydrierten Derivaten dieser Base besteht, wurde der fraktionierten Destillation unter vermindertem Druck unterworfen. Die Flüssigkeit begann unter 16 mm Druck bei 155^o zu sieden. Unter Ansteigen der Temperatur und unter Bräunung des Kolbeninhaltes ging ein viscoses Öl über, welches teilweise zu weißen Nadeln erstarrte. Als die Siedetemperatur 180^o erreicht hatte, destillierte fast nichts mehr in die Vorlage hinein, und der Kolben enthielt einen braunen, harzigen Rückstand. Die Gesamtmenge

⁵⁾ Über diese Begriffe, sowie viele andere der Kolloïdchemie, soweit sie feststehen, findet man Ausführlicheres in meinem Lehrbuch Kolloïdchemie, V. Auflage, und zwar sind die allgemeinen Begriffe in dem im Jahre 1925 erschienenen I. Teil enthalten, und die speziellen nebst vielen Erläuterungen und Literatur-Zitaten in dem II. Teil, der eben gedruckt wird, Zsigmondy.

¹⁾ Georg Koller, B. 60, 1572 [1927].

²⁾ Georg Koller, B. 60, 408 [1927].