

genschaften die Zugehörigkeit zum rhombischen System ergaben. Hier-
nach würde das Silicat einen Zink-Pyroxen darstellen und isomorph
mit dem natürlichen Mineral Enstatit MgSiO_3 sein. Bemerkenswerth
ist, dass das oben erwähnte, von Ebelmen durch Zusammenschmelzen
von 9 g SiO_2 , 6 g MgO und 6 g B_2O_3 erhaltene Silicat MgSiO_3 nach
den Untersuchungen von Fouqué und Michel-Lévy und von Vogt
theils monoklin, theils rhombisch ist.

Auch andere ähnliche, sowie complicirter aufgebaute Silicate sollen
nach dieser Methode dargestellt werden.

Der Versuch wurde bereits im Jahre 1892 ausgeführt.

Hrn. Dr. Heinecke, Director der Königl. Porzellan-Manufactur
in Charlottenburg, bin ich für die grosse Freundlichkeit, mit der er
mir gestattete, Versuche in der Porzellanfabrik auszuführen, zu vielem
Dank verpflichtet, ebenso Hrn. Dr. Pukall und Marquardt.

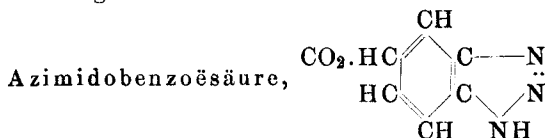
512. J. A. Bladin: Ueber die Oxydation des Azimido- toluols. II.

(Eingegangen am 13. November.)

Ich habe unlängst¹⁾ eine vorläufige Mittheilung über diesen
Gegenstand geliefert und dann die (1.2.3)-Triazol-(4.5)-dicarbonsäure
beschrieben. Bei der Oxydation bildet sich auch in geringerer Menge
eine Azimidobenzoësäure. Man kann indessen die beiden Säuren
leicht auf folgende Weise von einander trennen.

Nach vollendeter Oxydation und Abfiltriren des Mangansuper-
oxyds wird das Filtrat durch Salpetersäure schwach sauer gemacht
und dann auf dem Wasserbade concentrirt. Dabei scheidet sich schon
in der Wärme die schwer lösliche Azimidobenzoësäure aus und kann
durch Umkrystallisiren aus Eisessig gereinigt werden.

Aus dem Filtrat, worin die leicht lösliche Triazoldicarbonsäure
sich befindet, kann diese in der Form ihres Silbersalzes durch Fällung
mit Silbernitrat isolirt werden; die darin vorhandene Oxalsäure braucht
man nicht vorher auszufällen, wenn man die Lösung durch Salpeter-
säure stark sauer gemacht hat.



Aus Eisessig, worin die Säure ziemlich löslich ist, krystallisirt
sie in kleinen, farblosen Blättern, die 1 Molekül Essigsäure enthalten,

¹⁾ Diese Berichte 26, 545.

die bei 120° C. leicht entweicht. Sehr schwer löslich in Wasser. Schmilzt noch nicht bei 270° C. Die Analysen der bei 120° C. getrockneten Substanz ergaben:

Ber. Procente: C 51.5, H 3.1, N 25.8.
 Gef. » » 51.6, » 3.2, » 26.0.

Die Essigsäurebestimmungen gaben:

Ber. Procente: $\text{CH}_3 \cdot \text{CO}_2\text{H}$ 26.9.
 Gef. » » 26.7, 26.8.

Das Calciumsalz, $(\text{C}_7\text{H}_4\text{N}_3\text{O}_2)_2\text{Ca} + 4\text{H}_2\text{O}$, bildet warzenförmige Aggregate.

Analyse: Ber. Procente: Ca 9.2, H_2O 16.7.
 Gef. » » 8.8, 8.8, 9.0, » 16.8, 17.0, 17.2.

Das Baryumsalz, $(\text{C}_7\text{H}_4\text{N}_3\text{O}_2)_2\text{Ba} + 7\text{H}_2\text{O}$, bildet feine Nädelchen.

Analyse: Ber. Procente: Ba 23.3, H_2O 21.5.
 Gef. » » 23.5, 23.4, » 21.3, 21.5.

Die



ist schon in der vorläufigen Mittheilung beschrieben. Man reinigt die Säure am besten durch Umkrystallisiren aus Wasser, woraus sie in grossen, gut ausgebildeten, monosymmetrischen Krystallen anschiesst, die 2 Moleküle Krystallwasser enthalten. Gefunden 18.6 pCt. H_2O , anstatt 18.7 pCt. Aus concentrirter Salzsäure krystallisirt dieselbe in glänzenden Blättchen, die Chlorwasserstoff enthalten; dieser entweicht indessen leicht bei 120° C. Die Säure besitzt somit schwach basische Eigenschaften. Sie giebt, mit Resorcin und Chlorzink zusammengeschmolzen, ein in Ammoniak mit intensiv grüner Fluorescenz lösliches Fluorescein.

Die sauren Kalium- und Natriumsalze sind schon beschrieben.

Das neutrale Baryumsalz, $\text{C}_2\text{HN}_3 \cdot (\text{CO}_2)_2 \cdot \text{Ba} + \text{H}_2\text{O}$, bildet ein schweres, krystallinisches Pulver, das in Wasser fast unlöslich ist.

Analyse: Ber. Procente: Ba 44.2, H_2O 5.8.
 Gef. » » 43.7, » 6.3.

Das hellblaue Kupfersalz ist in Ammoniak und Mineralsäuren leicht löslich. Verpufft beim Erhitzen.

(1. 2. 3)- Triazol, $\text{C}_2\text{H}_3\text{N}_3$.

Beim vorsichtigen Erhitzen der Triazoldicarbonsäure im Kohlen säurestrom destillirt ein fast farbloses Oel über unter Hinterlassen einer voluminösen Kohle, welche die Ausbeute beträchtlich herabdrückt. Dieses Oel ist ein neues Triazol.

Analyse: Ber. Procente C 34.8, H 4.3.

» Gef. » » 34.3, » 4.7.

Das Oel ist hygroskopisch, aus welchem Grunde die Analysendaten nur annähernd stimmen. Der Siedepunkt, nach Siwoloboff¹⁾ bestimmt, liegt bei ca. 208—209° C bei 742 mm Barometerdruck. Das Oel ist in den gewöhnlichen Lösungsmitteln leicht löslich, unlöslich in Ligroin. Es giebt mit Metallsalzen Niederschläge.

Die Quecksilberverbindung, $C_2H_2N_3HgCl$, bildet ein fast unlösliches, schweres Pulver.

Analyse: Ber. Procente Cl 11.7.

Gef. » » 12.0.

Benzoyltriazol, $C_2H_2N_3 \cdot CO \cdot C_6H_5$.

Durch Schütteln einer wässrigen Lösung des Triazols mit Benzoylchlorid bei Gegenwart von Natronlauge dargestellt, bildet diese Verbindung, aus Aether krystallisirt, lange, farblose Prismen. Aeusserst leicht löslich in Chloroform. Schmelzpunkt 111—111.5° C. (v. Pechmann's Benzoylosotriazol schmilzt bei 100° C.²⁾).

Analyse: Ber. Procente: C 62.4, H 4.0, N 24.3.

Gef. » » 62.4, » 4.2, » 24.4.

Eine ausführlichere Mittheilung werde ich an einem anderen Ort liefern.

Upsala. Universitätslaboratorium, November 1893.

513. G. Ciamician und P. Silber: Ueber die Alkaloide der Granatwurzelsrinde.

[III. Mittheilung.]

(Eingegangen am 9. November; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

I. Pseudopelletierin (Granatonin).

In unseren früheren Mittheilungen³⁾ machten wir kurze Angaben über die Zusammensetzung und das Verhalten des vor vielen Jahren von dem französischen Chemiker Tanret in der Granatwurzelsrinde entdeckten und von ihm Pseudopelletierin genannten Alkaloids. Dieser interessante Körper, dem die Formel $C_9H_{15}NO$ zukommt, ist, wie wir fanden, eine tertiäre Base und sein Jodmethylat spaltet sich bei der Einwirkung der Alkalien in Dimethylamin und einen öligen Körper von der Zusammensetzung $C_8H_{10}O$; dieser letztere lieferte uns wieder bei der Oxydation Phenylglyoxylsäure.

¹⁾ Diese Berichte 19, 795.

²⁾ Ann. d. Chem. 262, 323.

³⁾ Diese Berichte 25, 1601; 26, 156.