

Über Diamidopyren.

Von **Rudolph Jahoda.**

(Aus dem Universitäts-Laboratorium des Prof. v. Barth.)

(Vorgelegt in der Sitzung am 21. Juli 1887.)

Gelegentlich der Nitrirung des Pyrens wurde, wie schon oben erwähnt, eine nicht unbeträchtliche Menge von Dinitropyren erhalten; dasselbe wurde nach den Angaben von Goldschmidt¹ gereinigt.

Eine Stickstoffbestimmung nach Kjeldahls Methode erforderte für 0.4357 Grm. Substanz 30.8 CC. Schwefelsäure vom Titer 1 CC. = 0.004862 Grm. H_2SO_4

in 100 Theilen:

Gefunden	Berechnet
N = 9.82	9.59

Es wurde hierauf mit Zinn und Salzsäure reducirt, bis die Farbe der Verbindung nur noch schwach gelblich erscheint.

Das Diamidopyren bildet wie auch die Monamidoverbindung bei dieser Operation kein Zinndoppelsalz. Das Filtrat von dem Chlorhydrat wurde mit Schwefelwasserstoff behandelt und eingeeengt; es schieden sich aus dem licht bernsteingelben Filtrat gelbe, feine Nadeln aus, die sich als das Chlorhydrat des Diamidopyren erwiesen.

0.1554 Grm. Substanz geben an Kohlensäure 0.4150 Grm. und an Wasser 0.0750 Grm. daraus

in 100 Theilen:

Gefunden	Berechnet
C = 72.82	71.50
H = 5.36	5.21

¹ Monatshefte f. Chemie, Juli 1881.

Da somit die Löslichkeit des Chlorhydrates in Wasser erwiesen war, wurde die ganze Menge umzukrystallisiren versucht; es fand aber dabei sofort Dunkelfärbung und Abscheidung einer beträchtlichen Schmiere statt. An eine Reindarstellung auf diese Weise war nicht zu denken. Als bester Weg zur Gewinnung der Base eignet sich folgender:

Die Lösung wird mit Äther überschichtet und mit kohlen-saurem Natron zerlegt. Nach dem Umschütteln geht die Base leicht, und bei genügender Menge Äther, vollständig in denselben über. Dieser wird abgegossen, reines Wasser zugesetzt und mit einigen Tropfen Schwefelsäure versetzt. Nach dem Umschütteln wird die wässrige Schichte tief dunkelroth gefärbt und das Sulfat bleibt zum grössten Theile (noch in sehr unreinem Zustande), in derselben suspendirt. Wird nun neuerdings kohlen-saures Natron zugesetzt, wobei ein grosser Überschuss vermieden werden soll, so geht die Base wieder in Äther über, und an der Berührungsfläche bleibt ziemlich viel einer schwarzen Schmiere zurück. Diese wird entfernt, neues Wasser und neue Schwefelsäure zugesetzt und wie oben beschrieben verfahren.

Diese Operation wird so lange fortgesetzt, bis sich keine Schmiere mehr ablagert; es reichte dazu dieselbe Quantität Äther aus, da ja der Verlust nur ein sehr geringer ist.

Auch bietet diese Methode eine bedeutende Ersparniss an Zeit, da das lästige Abdestilliren des Äthers entfällt; es lässt sich somit die Operation sehr oft innerhalb einer Stunde ausführen.

Das schwefelsaure Diamidopyren fällt aus Äther ganz weiss heraus, wird aber beim Trocknen grau. Der Schmelzpunkt konnte wegen der leichten Zersetzbarkeit aller dieser Diamidoverbindungen nicht bestimmt werden.

0.1401 Grm. Substanz im Vacuum getrocknet gaben 0.2993 Grm.

Kohlensäure und 0.0608 Grm. Wasser

in 100 Theilen:

Gefunden	Berechnet für $C_{16}H_8(NH_2)_2H_2SO_4$
C = 58.25	58.18
H = 4.82	4.24

Das Sulfat ist in Wasser wie auch in Alkohol ganz unlöslich.

Das Diamidopyren selbst konnte wohl aus der Lösung des Chlorhydrates abgeschieden werden, war im Momente des Ausfallens sehr schön gelb gefärbt, um aber alsbald sich zu verschmieren, wozu auch alle Salze grosse Neigung haben, wofern sie nicht in ganz reinem Zustande sich befinden.

In verdünnter alkoholischer oder ätherischer Lösung zeigt das Diamidopyren eine prachtvolle, blaue Fluorescenz in fast noch höherem Grade als das Monoproduct.
