

# 427. B. Glassmann: Ein Beitrag zur Bivalenz des Berylliums. Das Beryllumpikrat.

(Eingegangen am 27. Mai 1907.)

Einen unanfechtbaren Beweis der Zweiwertigkeit des Berylliums liefert, wie bekannt, nur eine einzige normal zusammengesetzte organische Berylliumverbindung — das Acetylacetonat des letzteren<sup>1)</sup>. Es schien mir deshalb von großem Interesse zu sein, noch fernere normal zusammengesetzte berylliumorganische Verbindungen darzustellen, deren Molekulargröße auf irgend einem physikalischen Wege ermittelt werden konnte. Die Untersuchungen in dieser Richtung führten mich zu der Synthese des Beryllumpikrats.

15 g chemisch reiner Pikrinsäure wurden unter Erwärmen in Wasser gelöst, mit Berylliumcarbonat neutralisiert, die Lösung filtriert und bis zur Krystallisation verdampft. Die reichlich auskrystallisierten gelben Blättchen des Pikrats wurden auf dem Tonteller von der Mutterlauge befreit, an der Luft getrocknet und analysiert.

Die Berylliumbestimmung geschah durch Abrauchen der Substanz mit rauchender Salpetersäure, Glühen des Rückstandes und Wägen des resultierten Berylliumoxyds; der Krystallwassergehalt wurde durch 4-stündiges Trocknen der Substanz bei 120—130° ermittelt.

Angew. Subst.	Gef. H <sub>2</sub> O	=	% H <sub>2</sub> O	Gef. BeO	=	% BeO
g	g			g		
3.2420	0.3359		10.36	0.1488		4.59
3.3564	0.3460		10.31	0.1591		4.74
3.3478	0.3539		10.57	0.1500		4.48

$[C_6H_2(NO_2)_3O]_2Be + 3H_2O$ . Ber. Be 1.753, BeO 4.835, H<sub>2</sub>O 10.40.

Eine zweite Probe des Pikrats wurde mit Äther behandelt (zwecks Entfernung der etwa vorhandenen überschüssigen Pikrinsäure) und nach dem Trocknen bei 50° wie oben der Analyse unterworfen. Die folgenden Belege ergeben, daß bei dieser Operation genau 1 Mol. Wasser abgespalten wird.

Angew. Subst.	Gef. H <sub>2</sub> O	=	% H <sub>2</sub> O	Gef. BeO	=	% BeO
g	g			g		
3.2514	0.2376		7.31	0.1616		4.97
3.3146	0.2423		7.30	0.1601		4.83

$[C_6H_2(NO_2)_3O]_2Be + 2H_2O$ . Ber. BeO 5.02, H<sub>2</sub>O 7.18.

Die Molekulargröße des krystallwasserfreien Beryllumpikrats wurde nach der Gefriermethode in Acetophenon bestimmt. Dabei ist zu beobachten, daß

<sup>1)</sup> A. Combes, Compt. rend. **119**, 1220—1223; Ztschr. für anorgan. Chem. **9**, 245; Chem. Zentralbl. **1895**, I, 320.

das Acetophenon absolut wasserfrei sein muß, da im Gegenfalle Gefrierpunktserhöhungen anstatt Erniedrigungen eintreten, vermutlich infolge einer Krystallwasseranlagerung an das wasserfreie Pikrat, was ja mit einer positiven Wärmetönung verbunden sein muß. Da das Berylliumpikrat in Acetophenon träge löslich ist, wurde das letztere, in Anbetracht seines hohen Siedepunktes (200°) zur Lösung der Substanz, schwach erwärmt.

I. 0.0823 g Sbst. bewirkten, in 20 g Acetophenon gelöst, eine Gefrierpunktserniedrigung von 0.05°.

II. 0.1169 g Sbst., 20 g Lösungsmittel, Gefrierpunktserniedrigung 0.07°. Konstante des Acetophenons nach Garelli und Montanari = 56.5<sup>1)</sup>. Hiernach gefundenes Molekulargewicht: I. 465, II. 471.1, berechnet 465.1. (Bei einem dritten Versuch wurden 0.7197 g Sbst. angewandt in 20 g Lösungsmittel; mehr als die Hälfte der Substanz blieb ungefähr dabei ungelöst zurück und die maximale Gefrierpunktserniedrigung war = 0.12°.)

Das krystallwasserhaltige sowie das krystallwasserfreie Berylliumpikrat ist leicht löslich in absolutem Alkohol, Aceton und Pyridin, schwer in Äther und wird durch Wasser unter Abscheidung eines basischen Pikrats zersetzt, welches bei 100° getrocknet die Zusammensetzung  $[C_6H_2(NO_2)_3O]_2Be \cdot 20Be(OH)_2$  hat.

Angew. Sbst.: 0.0879 g. Gef. BeO 0.0349.

Ber. BeO 39.77. Gef. BeO 39.71.

Die obige Arbeit liefert somit einen fernerer Beweis für die Bivalenz des Berylliums.

Hrn. Prof. Dr. S. M. Tanatar spreche ich für die freundliche Unterstützung bei dieser Arbeit meinen Dank aus.

Odessa, den 17. Juni 1907. Wissenschaftliches Privatlaboratorium des Verfassers.

#### 428. Alexander Ludwig: Über die Einwirkung magnesiumorganischer Verbindungen auf Phthalid.

[Aus dem Chem. Institut der Universität Bukarest.]

(Eingegangen am 15. Juni 1907; mitgeteilt in d. Sitzung v. Hrn. F. Sachs.)

Durch Einwirkung magnesium-organischer Verbindungen auf alkyliertes Phthalimid und Phthalimid selbst entstehen, wie Franz Sachs und Al. Ludwig<sup>2)</sup> fanden und wie auch Béis<sup>3)</sup> bestätigte, Abkömmlinge des Isoindolinons.

<sup>1)</sup> Tabellen von Landolt-Börnstein, 3. Aufl., S. 503.

<sup>2)</sup> Diese Berichte **37**, 386 [1904]. <sup>3)</sup> Compt. rend. **1904**, I, 987.