

0.0782 g Subst.: 0.2302 g CO<sub>2</sub>, 0.0813 g H<sub>2</sub>O.

C<sub>27</sub>H<sub>46</sub>O<sub>2</sub>. Ber. C 80.50, H 11.63.

Gef. » 80.28, » 11.63.

#### Cholestan-4.8-dion.

4 g Cholestan-8-on-4-ol wurden in 95-proz. Eisessig gelöst und mit der gleichen Gewichtsmenge Chromsäure-anhydrid (in wenig Wasser gelöst) versetzt; das Gemisch wurde dann 15 Minuten auf etwa 50° erhitzt, die nach dieser Zeit noch nicht verbrauchte Chromsäure wurde mit schwefliger Säure reduziert, die Reaktionsprodukte wurden mit Äther aufgenommen und in der üblichen Weise in einen sauren und in einen neutralen Anteil zerlegt. Der neutrale Anteil wurde wiederholt aus Alkohol umkrystallisiert und schmolz dann bei 186—187°; er bildet Nadeln.

6.449 mg Subst.: 19.054 mg CO<sub>2</sub>, 6.495 mg H<sub>2</sub>O.

C<sub>27</sub>H<sub>44</sub>O<sub>2</sub>. Ber. C 80.93, H 11.08.

Gef. » 80.58, » 11.24.

Dioxim: Das in der üblichen Weise bereite Dioxim ist in Alkohol sehr schwer löslich und schmilzt bei 281° unter Zersetzung.

2.010 mg Subst.: 5.553 mg CO<sub>2</sub>, 1.919 mg H<sub>2</sub>O. — 6.365 mg Subst.: 0.3565 ccm N (18.5°, 752 mm).

C<sub>27</sub>H<sub>46</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>. Ber. C 75.28, H 10.77, N 6.51.

Gef. » 75.37, » 10.64, » 6.49.

## 72. W. Dilthey und F. Kiefer: Notiz über Triphenylpyridin, Acetophenonin und Acetophenin.

(Eingegangen am 19. Februar 1920).

In dem soeben erschienenen Berichte-Heft<sup>1)</sup> bringt G. Reddelien den Identitätsnachweis des Englerschen<sup>2)</sup> »Acetophenonins« mit 2.4.6-Triphenyl-pyridin. Wir haben diesen Nachweis ebenfalls durch Mischprobe des Acetophenonins mit reinem Triphenyl-pyridin geführt<sup>3)</sup>. Derselbe war nötig mit Rücksicht auf die Neubearbeitung des Beilsteins, in dessen 3. Auflage<sup>4)</sup> das Englersche Acetophenonin im Anschluß an Acetophenon beschrieben wird und zwar aus nicht ersichtlichen Gründen unter dem Namen »Acetophenin«, während beim Triphenyl-pyridin sich kein Hinweis findet, obwohl schon Riehm<sup>5)</sup> die Identität dieser Basen vermutet hat.

<sup>1)</sup> B. 53, 334 [1920].    <sup>2)</sup> B. 6, 638 [1873].

<sup>3)</sup> F. Kiefer, Diss., Erlangen 1919.    <sup>4)</sup> Bd. III., S. 130.

<sup>5)</sup> A. 238, 27 [1887].

Wir haben auch das von Engler und Heine<sup>1)</sup> erwähnte Trinitro-[triphenyl-pyridin] dargestellt, welches nur schwierig kristallisiert (aus Nitro-benzol haarförmige Krystalle), über 320° schmilzt und dadurch auffällt, daß es trotz dreier Nitrogruppen fast farblos ist und auch mit Säuren keine Halochromie- und Fluorescenz-Erscheinungen zeigt.

0,1205 g Subst.: 14 ccm N (25°, 740 mm).

$C_{23}H_{14}O_6N_4$  (444). Ber. N 12.67. Gef. N 12.96.

Dieses Trinitroderivat haben wir der Reduktion mit Zinkstaub in Eisessig unterworfen und dabei eine Base erhalten, die sich in Eisessig mit intensiv gelber Farbe löst und mit verdünnten Mineralsäuren gelbe, mit konzentrierten farblose Salze zu liefern scheint.

Wir haben weiter versucht, Triphenyl-pyridin aus Acetophenon durch Erhitzen mit Benzaldehyd, Benzonnitril bei Gegenwart von Ammoniumsalzen und Chlorzink-Ammoniak zu bereiten, jedoch mit ähnlich schlechten Resultaten wie Reddelien. Die Bildung von Triphenyl-pyridin läßt sich zwar in den meisten Fällen feststellen. Ausbeute sowohl wie Reinheit des Produktes lassen jedoch viel zu wünschen übrig. Auch Reddelien, welcher übrigens augenscheinlich die Arbeit von A. Pictet und P. Stehelin<sup>2)</sup>, als auch die des Einen von uns<sup>3)</sup> übersehen hat, hat ersichtlich kein reines Triphenyl-pyridin in den Händen gehabt, da er den Schmelzpunkt mit 135—136° angibt, während oben genannte Autoren die Schmelzpunktangabe von Wislicenus und Newmann (137.5°) bestätigt haben.

Daß Triphenyl-pyridin der Salzbildung mit Mineralsäuren fähig ist, wie Reddelien im Gegensatz zu Wislicenus und Pictet bewiesen hat, davon kann man sich leicht überzeugen, indem man dasselbe mit etwas kaltem Alkohol, in dem es unlöslich ist, übergießt und etwas Salzsäure hinzufügt; es löst sich alsdann sofort auf.

Die von dem Einen von uns empfohlene Überführung von arylierten Pyryliumsalzen mit Ammoniak in entsprechende Pyridinderivate scheint augenblicklich das beste Verfahren zu sein. Nach demselben sind im hiesigen Laboratorium bereits eine ganze Reihe arylierter Pyridine dargestellt worden zu dem Zweck, dieselben mit den Pyryliumsalzen zu vergleichen. Es kommt uns hierbei hauptsächlich auf die Methoxy-, Oxy- und Amino-Derivate des Triphenyl-pyridins an, und bitten wir die Fachgenossen, uns dieses Gebiet noch ein Weilchen zu überlassen.

Erlangen, Chemisches Universitätslaboratorium.

<sup>1)</sup> B. 6, 638 [1873].    <sup>2)</sup> C. 1916, II, 492.    <sup>3)</sup> J. pr. [2] 94, 71 [1916].