

ATTI
DELLA
REALE ACCADEMIA DEI LINCEI

ANNO CCCXII.

1915

SERIE QUINTA

RENDICONTI

Classe di scienze fisiche, matematiche e naturali.

VOLUME XXIV.

2° SEMESTRE.



ROMA

TIPOGRAFIA DELLA R. ACCADEMIA DEI LINCEI

PROPRIETÀ DEL DOTT. PIO BEFANI

1915

Senza la riduzione a supporto rigido, si sarebbe dunque trovato nella sala superiore un valore della gravità inferiore di 15 unità della terza decimale del cm. a quello sopra determinato.

Ora, da una comunicazione del prof. Guarducci al prof. Reina risulta che, nelle sue misure, egli osservava in piedi davanti all'apparato delle coincidenze; ne segue che i pendoli oscillanti sul tripode dovevano trovarsi ad un'altezza certamente non inferiore a quella corrispondente alla mia posizione di esperienza più elevata. Come effetto della oscillazione del supporto si spiegano allora le 17 unità da lui e dagli altri sperimentatori ottenute in meno, nel determinare il valore della gravità.

Prima di chiudere, si riuniscono nel seguente specchio i valori delle durate di oscillazione dei quattro pendoli e del pendolo medio nel sotterraneo, negli anni 1912, '13 e '14.

	EPOCA	S ₁₄₇ 0°.507	S ₁₄₈ 0°.507	S ₁₄₉ 0°.507	S ₁₅₀ 0°.507	S _m 0°.507
(1)	1912.6	7283	5777	6757	4859	6169
(2)	1913.6	93	75	56	59	71
(3)	1914.8	92	82	73	67	78
(2) — (1)	...	10	— 2	— 1	0	2
(3) — (2)	...	— 1	7	17	8	7
(3) — (1)	...	9	5	16	8	9

Questi dati mostrano che la variazione dei pendoli è stata piccolissima: tutti hanno subito un lieve allungamento.

Chimica. — *Studi intorno a gli indoni. II. Sintesi dell' α -metil- β -fenil-indone.* Nota di R. DE FAZI ⁽¹⁾, presentata dal Socio E. PATERNO ⁽²⁾.

Per azione dell'acido solforico conc., a freddo, sull'etere etilico dell'acido α -etil- β -difetil-lattico, ho ottenuto l' α -etil- β -fenil-indone ⁽³⁾.

Nelle stesse condizioni, l'acido solforico ha reagito in modo simile sull'etere etilico dell'acido α -metil- β -difetil-lattico, dando luogo alla formazione dell' α -metil- β -fenil-indone.

⁽¹⁾ Lavoro eseguito nel Laboratorio chimico della Sanità.

⁽²⁾ Pervenuta all'Accademia il 28 settembre 1915.

⁽³⁾ R. de Fazi, Rend. Acc. Lincei, 24 (2), 150 (1915).

Questo è identico a quello che Rupe, Steiger e Fiedler ⁽¹⁾ hanno ottenuto per azione del cloruro di tionile sull'acido α -metil- β -fenil-cinnamico, e che chiamano β -metil- γ -fenil-indone.

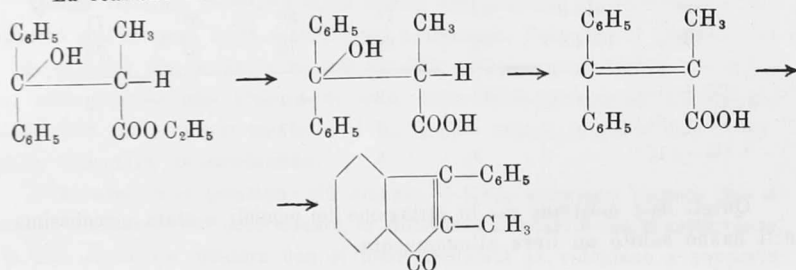
Ho preparato l'etere etilico dell'acido α -metil- β -difenil-lattico, secondo le indicazioni di Rupe, Steiger e Fiedler ⁽²⁾. Questo etere, come ho già accennato nella mia Nota I ⁽³⁾, dà con H_2SO_4 conc., a freddo, una bella colorazione verde-smeraldo.

Per aggiunta di ghiaccio la colorazione verde scompare e la soluzione diviene di colore giallo intenso, mentre si deposita l'indone in fiocchi di colore arancio.

Come per l' α -etil- β -fenil-indone, così per l' α -metil- β -fenil-indone, è facile spiegare l'andamento della reazione.

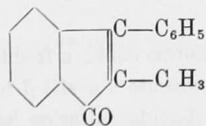
L'acido solforico conc., ha prima saponificato l'etere dando l'acido α -metil- β -difenil-lattico, poi eliminato una molecola d'acqua dando luogo alla formazione dell'acido α -metil- β -fenil-cinnamico; quindi una seconda molecola d'acqua tra il carbossile e l'anello benzenico formando l' α -metil- β -fenil-indone.

La reazione sarebbe andata dunque secondo lo schema seguente:



Di questo indone ho ottenuto l'ossima, il semicarbazone ed il semi-ossamazione. In questa Nota descrivo anche il semicarbazone dell' α -etil- β -fenil-indone che ho preparato per confrontarlo con quello dell' α -metil- β -fenil-indone.

α -metil- β -fenil-indone.



L'etere etilico dell'acido α -metil- β -difenil-lattico è stato preparato secondo le indicazioni di Rupe, Steiger e Fiedler ⁽⁴⁾.

⁽¹⁾ Rupe, Steiger e Fiedler, Ber. 47 (1), 66 (1914).

⁽²⁾ Rupe Steiger e Fiedler, loc. cit.

⁽³⁾ R. de Fazi, loc. cit.

⁽⁴⁾ Rupe, Steiger e Fiedler, loc. cit.

Si disciolgono 20 gr. di benzofenone in 60 cc. di benzolo (disseccato su sodio), e si aggiungono poi 24 gr. di etere etilico dell'acido α -bromopropionico e 7 gr. di zinco in granuli.

La reazione si fa in un pallone da 500 cc. a b. m. con refrigerante chiuso da un tubo a CaCl_2 .

Si fa bollire per circa 2 ore. Poi si raffredda, e si decompone con H_2SO_4 diluito. Si separa quindi la soluzione benzenica e si lava bene con acqua; si filtra e si distilla il benzolo. Per raffreddamento, tutta la sostanza oleosa rimasta, cristallizza in ciuffi di aghi.

Ricristallizzata da una mescolanza di alcool etilico ed acqua (3:1) si ottengono fini aghi bianchi, che fondono a $101-102^\circ$, e che sono l'etere etilico dell'acido α -metil- β -difetil-lattico.

Da una preparazione si ottengono circa 20 gr. di questo etere.

A gr. 2 di etere etilico dell'acido α -metil- β -difetil-lattico si aggiungono 10 cc. di H_2SO_4 conc. La soluzione diviene immediatamente di un bel colore verde-smeraldo.

Però, se si fa questa operazione con attenzione, si nota come la colorazione verde, pur essendo immediata è preceduta da una fugace colorazione gialla, poi arancio e rossa.

Si lascia reagire a temperatura ordinaria per 1 giorno.

Si aggiungono quindi dei piccoli pezzi di ghiaccio, mantenendo però a bassa temperatura (miscuglio di ghiaccio e sale) il recipiente in cui si fa questa operazione.

L'aggiunta dei piccoli pezzi di ghiaccio deve essere fatta lentamente. Dal colore verde, la soluzione passa al rosso, all'arancio al colore giallo intenso. Si sente un odore speciale, simile a quello notato per l' α -etil- β -fenil-indone (1).

Si aggiungono poi pochi cc. di acqua, sempre però a freddo. Si depositano allora dei fiocchi di colore arancio, che si raccolgono su filtro. Si disciolgono in alcool etilico bollente, nel quale sono molto solubili.

Per raffreddamento della soluzione si formano alla superficie lunghe lamelle, di colore giallo-arancio intenso, che si riuniscono per formare dei reticolati, i quali si depositano, volta per volta, al fondo del recipiente.

Avendo avuto occasione di cristallizzare più volte questo indone, sempre dall'alcool, ho ottenuto, non soltanto delle lamelle, ma anche dei cristalli di forma romboedrica.

Questo indone fonde a $86-87^\circ$.

Si dissecca e si analizza:

sostanza gr. 0,2054 CO_2 gr. 0,6564 H_2O gr. 0,1026.

(1) R. de Fazi, loc. cit.

Donde %:

	Trovato	Calcolato per $C_{12}H_{12}O$
C	87,15	87,24
H	5,58	5,49

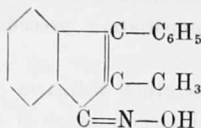
Come l' α -etil- β -fenil-indone anche questo indone, con H_2SO_4 conc. a freddo, si colora in un bel verde smeraldo; a caldo, in rosso. La reazione è così sensibile che basta un cristallino perchè 100 cc. di H_2SO_4 conc. si colorino in verde smeraldo.

Con HNO_3 conc., a freddo, si colora in rosso.

È una sostanza molto solubile in alcool etilico e metilico, benzolo, cloroformio, etere etilico ed etere acetico; meno in etere di petrolio.

Da una preparazione si ottiene circa 1 grammo di α -metil- β -fenil-indone.

Ossima dell' α -metil- β -fenil-indone.



Si discioglie 1 gr. di α -metil- β -fenil-indone in 30 cc. di alcool etilico, e si aggiungono poi gr. 0,5 di cloridrato di idrossilammina disciolti in 5 cc. di acqua. Si fa bollire per 3 ore, e si filtra. Per raffreddamento della soluzione si depositano cristalli di colore giallo, che fondono, così impuri, a 195-197°.

Questa ossima, disciolta in molto alcool etilico, cristallizza, dopo aver lasciato la soluzione a svaporiare a temperatura ordinaria per un giorno, in prismi di colore giallo-verde, e molto lucenti, che fondono a 199-200°.

Con H_2SO_4 conc., a freddo, si colorano in un bel rosso sangue. Con HNO_3 conc., a freddo, si colorano in rosso rubino.

La sostanza disseccata a 100° si analizza:

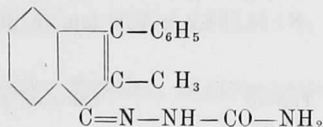
sostanza gr. 0,2118	CO_2 gr. 0,6332	H_2O gr. 0,1082,
" gr. 0,2516	N. cc. 13,2 a 764 mm. e 22°.	

Donde %:

	Trovato	Calcolato per $C_{16}H_{13}ON$
C	81,53	81,70
H	5,72	5,50
N	6,10	6,00

Questa ossima è insolubile in acqua; solubile in alcool etilico e metilico, cloroformio e benzolo; meno in etere di petrolio.

Semicarbazone dell'α-metil-β-fenil-indone.



Si discioglie 1 gr. di α-metil-β-fenil-indone in 20 cc. di alcool etilico e si aggiunge poi 1 gr. di cloridrato di semicarbazide. Si fa bollire per un'ora e si filtra. Per raffreddamento della soluzione si depositano foglioline dentellate di colore arancio intenso, splendenti, che fondono a 216-218°. Ricristallizzate dall'alcool etilico si ottengono foglie dentellate, lucenti, e di colore rosso-arancio, che fondono a 219-220°.

Questo semicarbazone con H₂SO₄ conc., a freddo, dà una intensa colorazione bleu. Con HNO₃ conc., dà una colorazione rosso ciliegia.

La sostanza disseccata a 100° si analizza:

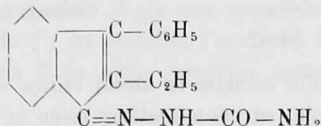
sostanza gr. 0,1618 CO₂ gr. 0,4356 H₂O gr. 0,0825,
 " gr. 0,1922 N. cc. 25,2 a 758 mm. e 18°.

Donde %:

	Trovato	Calcolato per C ₁₇ H ₁₅ N ₃ O
C	73,42	73,59
H	5,73	5,45
N	15,34	15,19

Questo semicarbazone è molto solubile in alcool etilico e metilico, benzolo, cloroformio, etere etilico ed etere acetico; meno in etere di petrolio

Semicarbazone dell'α-etil-β-fenil-indone.



Si discioglie 1 gr. di α-etil-β-fenil-indone in 20 cc. di alcool etilico, e si aggiunge poi 1 gr. di cloridrato di semicarbazide. Si fa bollire per 1 ora e si filtra. Per raffreddamento della soluzione si depositano fini aghi, di un bel colore arancio, che fondono, così impuri a 189-191°.

Ricristallizzati dall'alcool etilico si ottengono ciuffi di aghi lucenti, e di un colore giallo-arancio che fondono a 198-199°.

Questo semicarbazone dà, a freddo, con H_2SO_4 una intensa colorazione bleu. Con HNO_3 conc., a freddo, dà una colorazione rosso-ciliegia.

La sostanza disseccata a 100° si analizza:

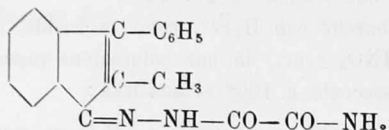
sostanza gr. 0,2208 CO_2 gr. 0,5995 H_2O gr. 0,1168,
 " gr. 0,2080 N. cc. 26,2 a 758 mm. e 20° .

Donde %:

	Trovato	Calcolato per $C_{18}H_{17}N_3O$
C	74,05	74,20
H	5,92	5,80
N	14,64	14,40

Questo semicarbazone è molto solubile in alcool etilico e metilico, benzolo, cloroformio ed etere acetico; meno in etere di petrolio.

Semioossamazone dell' α -metil- β -fenil-indone.



Si discioglie 1 gr. di α -metil- β -fenil-indone in 50 cc. di alcool etilico e si aggiungono poi gr. 0,40 di semi-ossamazide.

Dopo aver fatto bollire a b. m. per 1 ora, si filtra. Per raffreddamento della soluzione si depositano aghi di colore giallo intenso.

Si cristallizzano dall'alcool etilico. Si hanno così ciuffi di aghi fini e lucenti di un bel colore giallo intenso che fondono a $203-205^\circ$.

Questa sostanza, con H_2SO_4 conc., a freddo, si colora in bleu. Con HNO_3 conc., in rosso ciliegia.

Il semioossamazone disseccato a 100° si analizza:

sostanza gr. 0,1032 N. cc. 12,8 a 23° e 761 mm.

Donde %:

	Trovato	Calcolato per $C_{18}H_{16}N_3O_2$
N	14,32	13,80

È una sostanza molto solubile in alcool etilico e metilico; solubile in etere, cloroformio, benzolo, ed etere acetico; meno in etere di petrolio.

E. M.