

der Rückstand mit Wasser aufgenommen und mit Kali versetzt. Es schied sich ein braunes Oel ab, das neben unverändertem Ester das Säureamid enthielt. Durch Zusatz von einigen Tropfen Aether fiel das Amid flockig aus. Dann wurde es durch Streichen auf Thonplatten vom anhängenden Oel befreit und einige Male aus Benzol umkristallisiert. Das Amid zeigte nun alle die charakteristischen Eigenschaften der aus Ammoniak und Dibromtriacetonamin erhältlichen Base: den Schmp. 180—181°, die nämliche Krystallform und die gleichen Löslichkeitsverhältnisse. Um jeden Irrthum auszuschliessen, haben wir das Amid noch in das Nitrosamin übergeführt, das beim Versetzen der neutralen Lösung ihres Chlorhydrates mit Natriumnitrit sofort ausfiel und aus Aceton in Nadelchen vom richtigen Schmp. 201° krystallisierte.

Basel. Prof. Nietzki's Laboratorium für organ. Chemie.

---

**310. Victor Paul: Ueber 1-Aethylphthalazin und einige Abkömmlinge des Phthalazins.**

[Aus dem I. Berliner Univ.-Laboratorium.]

(Eingegangen am 10. Juli.)

Die von S. Gabriel und G. Eschenbach<sup>1)</sup> angegebene Methode der Darstellung von Phthalazinen, welche auf der Reduction der Chlorphthalazine beruht:



ist bisher nur für die Gewinnung des Phthalazins und des Methylphthalazins verwertet worden.

Ich habe auf gleichem Wege das Aethylphthalazin bereitet. Der Beschreibung dieser Base schicke ich zur Ergänzung früherer Angaben einige Bemerkungen über Salze des Chlorphthalazins und seine Reduction zu Phthalazin voraus.

*I. Salze des 4-Chlorphthalazins.*

Diese Salze, die bereits früher<sup>2)</sup> nur kurz erwähnt worden sind, lassen sich nicht umkristallisiren, da sie besonders in der Wärme leicht verharzen. Sie wurden daher nach der Ausfällung nur gewaschen, abgesogen und im Vacuum getrocknet.

Das Pikrat,  $\text{C}_8\text{H}_5\text{ClN}_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_3\text{N}_3\text{O}_7$ , bildet lange Nadeln vom Schmp. 135°:




---

<sup>1)</sup> Diese Berichte 30, 3022.

<sup>2)</sup> Ebend. 26, 526.

Das Chloroplatiuat,  $(C_8H_5ClN_2)_2H_2PtCl_6$ , fällt in orangegelben Nadeln vom Schmp.  $205^{\circ}$  aus.

0.1960 g Sbst.: 0.051 g Pt.

$C_{16}H_{12}N_4PtCl_6$ . Ber. Pt 26.29. Gef. Pt 26.02.

Das Ferrocyanat,  $(C_8H_5N_2Cl)_2H_4Fe(CN)_6$ , bildet orangegelbe Nadeln, die sich beim Erhitzen zersetzen, ohne vorher zu schmelzen.

0.2195 g Sbst.: 0.0620 g  $Fe_2O_3$ .

$C_{22}H_{14}N_{10}Cl_2Fe$ . Ber. Fe 9.89. Gef. Fe 10.28.

## II. Die Reduction des 4-Chlorphthalazins

mit Jodwasserstoff ist kurz bereits in diesen Berichten (30, 3024) geschildert worden.

Ich prüfte die Reaction etwas näher, um das etwa als Zwischenprodukt entstehende 4-Jodphthalazin zu isoliren.

Zu dem Zweck kochte ich 8 g 4-Chlorphthalazin mit 40 ccm Jodwasserstoff vom Sdp.  $127^{\circ}$  und 5 g rothem Phosphor in einem Kolben mit eingeschliffenem Kühlrohr. Bereits nach  $\frac{1}{2}$ -ständigem Kochen ergab eine Probe der Flüssigkeit mit Kali eine völlig halogenfreie Base. Nun wurde der ganze Kolbeninhalt nach dem Verdünnen mit Wasser vom Phosphor abfiltrirt, das Filtrat zur Wiedergewinnung der Jodwasserstoffsäure im Vacuum eingedampft, aus der zurückbleibenden gelben Krystallmasse die Base freigemacht und mit Chloroform ausgeschüttelt.

Das Phtalazin<sup>1)</sup> lässt sich nicht durch Destillation unter gewöhnlichem Druck reinigen, denn es geht bei etwa  $315^{\circ}$  als eine himbeerrote zähe Flüssigkeit unter Entwicklung von Ammoniak über. Dagegen destillirt es bei 29 mm Druck und  $189^{\circ}$ , respective bei  $175^{\circ}$  und 17 mm Druck als farbloses Oel (3.5 g), welches zu einem festen Krystallkuchen vom Schmp.  $90^{\circ}$  erstarrt.

Die Reduction des Chlorphthalazins verläuft also ungemein schnell bis zum Phtalazin, während bei der Behandlung von 1.4-Methylchlorphthalazin<sup>2)</sup> und 1.4-Aethylchlorphthalazin (s. unten) mit Jodwasserstoff zunächst Alkyljodphthalazin entsteht, welches erst nach mehrständigem Kochen das Jod abgibt.

Ausser den bereits bekannten stellte ich folgende Salze des Phtalazins dar:

Das Jodhydrat,  $C_8H_6N_2 \cdot HJ$ , bildet citronengelbe Krystalle, löst sich ziemlich leicht in Wasser, färbt sich bei  $200^{\circ}$  braun und schmilzt bei  $203^{\circ}$ .

0.1817 g Sbst.: 0.1620 g AgJ.

$C_8H_7N_2J$ . Ber. J 49.23. Gef. 49.30.

<sup>1)</sup> Diese Berichte 26, 2211.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 30, 3026.

**Das Ferrocyanat,  $(C_8H_6N_2)_2H_4Fe(CN)_6$ ,** besteht aus gelben, schräg abgeschnittenen Prismen, welche keinen Schmelzpunkt besitzen.

0.2788 g Sbst.: 0.0440 g  $Fe_2O_3$ .

$C_{22}H_{16}N_{10}Fe$ . Ber. Fe 11.77. Gef. Fe 11.31.

**Goldsalz,  $C_8H_6N_2, HAuCl_4$ ,** gelbe Nadeln, schmilzt bei  $200^\circ$ .

0.1828 g Sbst.: 0.0760 g Au.

$C_8H_7N_2AuCl_4$ . Ber. Au 41.82. Gef. Au 41.58.

*III. 1.4-Aethylchlorphthalazin<sup>1)</sup>.*

31 g Propiophenon-*o*-carbonsäure,  $CO_2H.C_6H_4.CO.CH_2.CH_3$ , führte ich mit 23 g Hydrazinsulfat, die in 53 ccm 7-fach normaler Natronlauge gelöst waren, durch halbständiges Kochen in 1-Aethylphthalazon vom Schmp.  $168-169^\circ$  über (Ansbeute: 28 g), welches genau ebenso wie die entsprechende Methylverbindung (diese Berichte 30, 3025) in 1.4-Aethylchlorphthalazin vom Schmp.  $93^\circ$  verwandelt wurde.

Die Base wurde durch folgende Salze charakterisiert:

**Das Chlorhydrat,  $C_{10}H_9N_2Cl, HCl$ ,** sehr leicht in Wasser löslich, schiesst aus absolutem Alkohol in dicken Nadeln vom Schmp.  $183-184^\circ$  an.

0.2084 g Sbst.: 0.1330 g  $AgCl$ .

$C_{10}H_{10}N_2Cl_2$ . Ber. Cl 15.50. Gef. Cl 15.79.

**Das Goldsalz,  $C_{10}H_9N_2Cl, HAuCl_4$ ,** fällt in gelben Nadeln aus, die bei  $116^\circ$  schmelzen und sich bei  $150^\circ$  unter Aufschäumen zersetzen.

0.2183 g Sbst.: 0.0587 g Au.

$C_{10}H_{10}N_2AuCl_5$ . Ber. Au 27.09. Gef. Au 26.89.

**Das Platindoppelsalz,  $(C_{10}H_9N_2Cl)_2H_2PtCl_6$ ,** ist goldgelb. 0.1855 g Sbst.: 0.0451 g Pt.

$C_{20}H_{20}N_4PtCl_6$ . Ber. Pt 24.45. Gef. Pt 24.31.

**Das Ferrocyanat,  $(C_{10}H_9N_2Cl)_2H_4Fe(CN)_6$ ,** krystallisiert in orangefarbigen, sternförmig gruppierten Nadeln.

0.3202 g Sbst.: 0.0427 g  $Fe_2O_3$ .

$C_{26}H_{22}N_{10}Cl_2Fe$ . Ber. Fe 9.32. Gef. Fe 9.34.

**Das Pikrat,  $C_{10}H_9N_2Cl, OH(NO_2)_3C_6H_2$ ,** fällt in gelben Nadeln aus.

0.1970 g Sbst.: 27.2 ccm N ( $17.7^\circ$ , 768 mm).

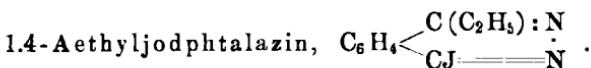
$C_{16}H_{12}N_5ClO_7$ . Ber. N 16.61. Gef. N 16.25.

**Das Bichromat,  $(C_{10}H_9N_2Cl)_2H_2Cr_2O_7$ ,** stellt orangefarbige Nadeln dar, die sich beim Erhitzen unter schwacher Verpuffung stark aufblähen, ohne vorher zu schmelzen.

0.2704 g Sbst.: 0.0680 g  $Cr_2O_3$ .

$C_{20}H_{20}N_4Cl_2Cr_2O_7$ . Ber.  $Cr_2O_3$  25.28. Gef.  $Cr_2O_3$  25.15.

<sup>1)</sup> Nach einem von G. Daube im hiesigen Laboratorium ausgearbeiteten Verfahren dargestellt.



Werden 8 g 1.4-Aethylchlorphthalazin mit 5 g rothem Phosphor und 40 ccm Jodwasserstoffsäure vom Siedepunkt 127° eine Stunde lang gekocht, so schlägt die Farbe des Kolbeninhaltes von Rothbraun in Graubraun um. Nach dem Verdünnen mit Wasser wird das Ganze abgesaugt, mit Wasser ausgewaschen und der Rückstand mit warmem, alkoholischem Ammoniak digerirt und filtrirt, wobei auf dem Filter nur rother Phosphor zurückbleibt. Aus dem Filtrat verjagt man den Alkohol mit Wasserdampf, wobei sich im Kolben Oeltropfen ausscheiden, die man durch Zusatz von mehr heissem Wasser wieder in Lösung bringen kann. Beim Erkalten krystallisiert die jodhaltige Base (6 g) vom Schmp. 78° aus.

0.1814 g Sbst.: 0.1493 g AgJ.

$\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2\text{J}$ . Ber. J 44.72. Gef. J 44.47.

Ihr Jodhydrat,  $\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2\text{J}_2\text{HJ}$ , bildet sehr schwer lösliche, orangegelbe Nadeln, die sich bei 175° dunkel färben, um bei 178° zu schmelzen.

0.1629 g Sbst.: 0.1853 g AgJ.

$\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{J}_2$ . Ber. J 61.65. Gef. J 61.46.

Das Chlorhydrat,  $\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2\text{J}\text{HCl}$ , stellt etwas leichter lösliche, sternförmig verzweigte, gelbe Nadeln vom Schmp. 173° dar.

0.2296 g Sbst.: 0.1020 g AgCl.

$\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{JCl}$ . Ber. Cl 11.08. Gef. Cl 11.08.

Das Pikrat,  $\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2\text{J}\text{OH}(\text{NO}_2)_3\text{C}_6\text{H}_2$ , fällt in laugen, gelben Nadeln aus und schmilzt bei 141°.

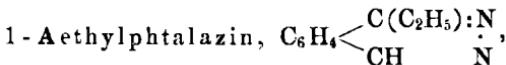
0.1678 g Sbst.: 19.7 ccm N (16°, 757 mm).

$\text{C}_{16}\text{H}_{12}\text{N}_5\text{JO}_7$ . Ber. N 13.65. Gef. N 13.67.

Das Chloroplatinat,  $(\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_2\text{J})_2\text{H}_2\text{PtCl}_6$ , bildet gelbe Nadeln.

0.1862 g Salz: 0.0377 g Pt.

$\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{J}_2\text{PtCl}_6$ . Ber. Pt 19.91. Gef. Pt 20.25.



entsteht, wenn man die oben erwähnte Mischung von Aethylchlorphthalazin, Phosphor und Jodwasserstoff 3 Stunden lang kocht. Dabei ist schliesslich eine nur von rothem Phosphor durchsetzte, klare, gelbe Flüssigkeit entstanden. Sie wird verdünnt, filtrirt, im Vacuum bei 60° destillirt und die neue Base aus dem Rückstand mit Kalilauge als gelbe Oelschicht ausgeschieden, die man mit Chloroform ausschüttelt. Sie destillirt bei gewöhnlichem Druck nicht unzersetzt, geht aber bei 206° und 25 mm Druck, resp. bei 190° und 16 mm Druck als farblose Flüssigkeit über (3.5 g), die schliesslich im Vacuum zu einer harten, bei 23.5° schmelzenden Masse erstarrte.

Das 1-Aethylphthalazin ist eine mit Wasser zerfließliche Base von neutraler Reaction und angenehmem, an Akazienblüthen erinnerndem Geruch und bitterem Geschmack, welche Fehling'sche Lösung nicht reducirt. Sie färbt sich an der Luft braun und löst sich leicht in den gewöhnlichen Lösungsmitteln.

0.2508 g Sbst.: 0.6952 g CO<sub>2</sub>, 0.1432 g H<sub>2</sub>O.

0.1840 g Sbst.: 27 ccm N (15°, 763 mm).

C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>. Ber. C 75.95, H 6.33, N 17.72.

Gef. > 75.60, » 6.34, » 17.30.

Das Jodhydrat, C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>.HJ, fällt aus der alkoholischen Lösung durch Aether in spitzen, gelben Nadeln aus, die sich bei 200° braun färben und bei 203° schmelzen.

0.2602 g Sbst.: 0.2142 g AgJ.

C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>J. Ber. J 44.40. Gef. J 44.48.

Das Chlorhydrat, C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>.HCl, ist wie das Jodhydrat leicht in Wasser löslich und kristallisiert aus 96-prozentigem Alkohol in farblosen Stäben, welche bei 216° schmelzen.

0.1924 g Sbst.: 0.1416 g AgCl.

C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>Cl. Ber. Cl 18.25. Gef. Cl 18.21.

Das Pikrat, C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>.OH(NO<sub>2</sub>)<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>, goldgelbe Nadeln, schmilzt bei 175° unter Aufblähen.

0.2444 g Sbst.: 38 ccm N (18°, 762 mm).

C<sub>16</sub>H<sub>13</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>. Ber. N 18.09. Gef. N 18.06.

Das Chlorplatinat, (C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>)<sub>2</sub>H<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>, fällt in orangefarbigen, schwerlöslichen Nadeln aus, die bei 180° unter Aufschäumen schmelzen.

0.3756 g Sbst.: 0.1008 g Pt.

C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>4</sub>PtCl<sub>6</sub>. Ber. Pt 26.78. Gef. Pt 26.83.

Das Goldsalz, C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>.HAuCl<sub>4</sub>, goldgelbe Nadelsterne, schmilzt bei 144° und zersetzt sich erst bei 175°.

0.1731 g Sbst.: 0.0683 g Au.

C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>AuCl<sub>4</sub>. Ber. Au 39.46. Gef. Au 39.46.

Das Bichromat, (C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>)<sub>2</sub>H<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, bildet schwer lösliche, orangefarbige Nadeln, die beim schnellen Erhitzen verpuffen.

0.2872 g Sbst.: 0.082 g Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>4</sub>O<sub>7</sub>Cr<sub>2</sub>. Ber. Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 28.54. Gef. Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 28.55.

Das Ferrocyanat, (C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>)<sub>2</sub>H<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>, stellt schwer lösliche, gelbe Nadeln dar.

0.1540 g Sbst.: 0.0224 g Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

C<sub>26</sub>H<sub>24</sub>N<sub>10</sub>Fe. Ber. Fe 10.53. Gef. Fe 10.20.

Tetrahydro-1-äthylphthalazin, C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>— $\begin{cases} \text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5) \cdot \text{NH} \\ \text{CH}_2 \end{cases}$

wird völlig analog der Methylbase (diese Berichte 30, 3030) mittels Natriumamalgam bereitet und als Chlorhydrat, C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>.HCl, isolirt, das man aus seiner alkoholischen Lösung mit Aether als

farblosen Krystallbrei fällt. Das Salz schmilzt bei 168° und reducirt Fehling'sche Lösung schon in der Kälte. Es ist äusserst leicht in Wasser löslich.

0.1678 g Sbst.: 0.3716 g CO<sub>2</sub>, 0.1145 g H<sub>2</sub>O.

0.1714 g Sbst.: 0.142 g AgCl.

C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>N<sub>2</sub>Cl. Ber. C 60.45, H 7.56, Cl 17.88.

Gef. » 60.40, » 7.58, » 17.93.

Aus dem Chlorhydrat wird durch Kali die freie Base als Oel abgeschieden; sie scheint keine schwer löslichen Salze zu bilden.

Ihr Dibenzoylderivat, C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>(CO<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, in üblicher Weise bereitet, schiesst aus Alkohol in spitzen Säulen vom Schmp. 159° ar.

0.1436 g Sbst.: 0.4114 g CO<sub>2</sub>, 0.0789 g H<sub>2</sub>O.

C<sub>24</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Ber. C 77.84, H 5.95.

Gef. » 77.65, » 6.15.

Aethylphthalazinjodmethylat, C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>.CH<sub>3</sub>J, bildet sich aus den Componenten unter so starker Erwärmung, dass man sie zweckmässig mit Benzol verdünnt. Ueber Nacht scheiden sich aus dem Gemisch lange, goldgelbe Nadeln aus, die nach dem Umkrystallisiren aus heissem Benzol sich bei 117° roth färben und bei 129° schmelzen. Sie lösen sich leicht in Wasser.

0.1640 g Sbst.: 0.1280 g AgCl.

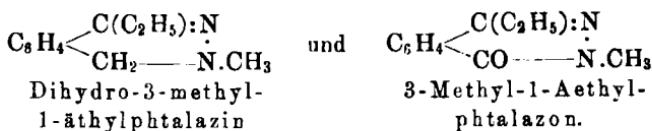
C<sub>11</sub>H<sub>13</sub>N<sub>2</sub>J. Ber. J 42.33. Gef. J 42.17.

Das zugehörige Pikrat, C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>.CH<sub>3</sub>.O.(NO<sub>2</sub>)<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, bildet goldgelbe Nadeln, die bei 171° schmelzen.

0.1722 g Sbst.: 26.1 ccm N (18°, 759 mm).

C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>. Ber. N 17.46. Gef. N 17.55.

Unterwirft man das Aethylphthalazin-Jodmethylat der Einwirkung von Kali in derselben Weise, wie es für das Methylphthalazinjodmethylat früher (diese Berichte 30, 3031) beschrieben worden ist, so erhält man die analogen Verbindungen, nämlich



Ersteres wurde auf dem l. c. angegebenen Wege als Chlorhydrat gewonnen, das jedoch seiner grossen Wasserbegierde wegen nicht selber analysirt, sondern in die folgenden Salze übergeführt wurde.

Das Pikrat, C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>, C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>, krystallisiert aus Alkohol in alizarinrothen Nadeln vom Schmp. 108°:

0.1819 g Sbst.: 0.3397 g CO<sub>2</sub>, 0.0694 g H<sub>2</sub>O.

0.1805 g Sbst.: 28.4 ccm N (21°, 746 mm).

C<sub>17</sub>H<sub>17</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>. Ber. C 50.62, H 4.22, N 17.37.

Gef. » 50.93, » 4.24, » 17.64.

Das Chloroplatinat,  $(C_{11}H_{14}N_2)_2H_2PtCl_6$ , bildet goldgelbe lange Nadeln:

0.1910 g Sbst.: 0.0504 g Pt.

$C_{22}H_{30}N_4PtCl_6$ . Ber. Pt 26.39. Gef. Pt 26.39.

Das Ferrocyanat,  $(C_{11}H_{14}N_2)_2H_4Fe(CN)_6$ , besteht aus schmutzig gelben Nadeln, welche sich zersetzen, ohne vorher zu schmelzen.

0.2352 g Sbst.: 0.0352 g  $Fe_2O_3$ .

$C_{28}H_{32}N_{10}Fe$ . Ber. Fe 9.93. Gef. Fe 10.36.

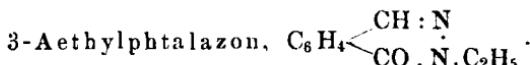
Das 3-Methyl-1-Aethylphthalazon, welches im Gegensatz zur Dihydrobase nicht mit Dampf flüchtig ist, bildet Krystalle vom Schmp. 78—79° und ist unzersetzt destillirbar.

0.1520 g Sbst.: 20.0 ccm N (20°, 756 mm).

$C_{11}H_{12}N_2O$ . Ber. N 14.89. Gef. N 15.01.

#### Anhang.

Die Aethylirung des Phthalazons führt zu Producten, die den bei der Methylirung (diese Berichte 26, 524, 707) erhältlichen entsprechen, nämlich zu 3-Aethylphthalazon und Phthalaldehydsäurehydrazonjodäthylat.



Man versetzte eine Lösung von 7.3 g Phthalazon in 25 ccm 2-fach-normalem, alkoholischem Kali auf dem Wasserbade allmählich mit 9 g Jodäthyl und kochte  $\frac{1}{2}$  Stunde, bis sich kein Jodkalium mehr abschied. Der Alkohol wurde jetzt verjagt, wobei eine braune Flüssigkeit zurückblieb, die beim Abkühlen erstarrte. Nachdem man die ganze Masse mit wenig Wasser aufgenommen und mit Aether ausgezogen hatte, trennte man die ätherische Schicht (A) von der wässrigen Lösung (B).

Der Aether (A) hinterliess beim Verdunsten eine harte Krystallkruste, die in den gewöhnlichen Lösungsmitteln, wie Wasser, Alkohol, Aether, Benzol, Chloroform leicht, in Ligroin jedoch schwerer löslich ist. Zur Reinigung wurde das Product destillirt. Es gingen bei 295° Oeltropfen über, die in der Vorlage zu einer farblosen Krystallmasse erstarrten. Sie schmolz bei 55°; die Ausbeute betrug 2.5 g.

0.1844 g Sbst.: 0.4589 g  $CO_2$ , 0.1020 g  $H_2O$ .

0.1608 g Sbst.: 22.8 ccm N (24.5°, 761 mm).

$C_{10}H_{10}N_2O$ . Ber. C 68.96, H 5.75, N 16.1.

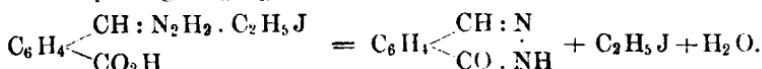
Gef. » 68.91, » 6.15, » 15.96.

Der Körper ist also 3-Aethylphthalazon.

#### Phthalaldehydsäurehydrazonjodäthylat.

In der wässrigen Lösung (B) befindet sich das leicht lösliche Kaliumsalz einer jodhaltigen Säure. Fügt man Salzsäure hinzu, so

entsteht ein dicker farbloser Brei, der sich in wenigen Minuten von der Oberfläche her violet färbt; abgesogen und mit wenig kaltem Wasser gewaschen, lässt er sich wieder farblos in Alkohol lösen. Beim Abkühlen in Eis fallen auf Zusatz von Aether aus der alkoholischen Lösung Nadeln (2.3 g) aus, welche bei  $170^{\circ}$  schmelzen, indem sich die schon vorher gelb gefärbte Masse aufblättert, und Wasser sowie Jodäthyl entweichen; dann wird die Schmelze wieder fest und schmilzt nun erst bei  $181^{\circ}$ , das ist der Schmelzpunkt des Phtalazons. Diesen Spaltungsvorgang drückt folgende Gleichung aus:



Dass das in der vorstehenden Gleichung formulirte Jodäthylat des Phthalaldehydsäurehydrazons vorliegt, zeigen folgende Analysen.

0.1700 g Sbst.: 0.2352 g  $\text{CO}_2$ , 0.0668 g  $\text{H}_2\text{O}$ .

0.1549 g Sbst.: 0.1126 g AgJ.

0.1950 g Sbst.: 15.6 ccm N (23.5°, 757 mm).

$C_{10}H_{13}N_2O_2J$ . Ber. C 37.5, H 4.06, J 39.67, N 8.67.

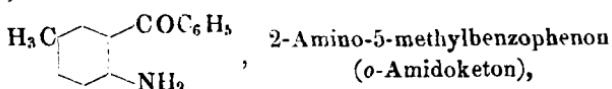
Gef. » 37.7, » 4.37, » 39.28, » 9.02.

### 311. Gottfried Hanschke: Ueber einige Chinazolin-verbindungen.

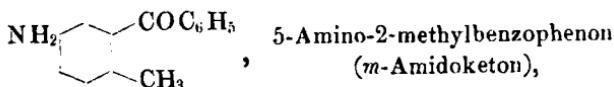
[Aus dem I. Berliner Universitätslaboratorium.]

(Eingegangen am 16. Juli.)

Wenn man nach O. Doeblner's Verfahren Benzoylchlorid und Chlorzink auf Phtal-*p*-toluid einwirken lässt, so kann die Benzoylgruppe in *o*- oder in *m*-Stellung zum Stickstoff in den Tolylrest eintreten, und die beiden Benzoylkörper werden nach Abspaltung des Phtalys.



resp.



ergeben.

In der That entstehen, wie E. Fröhlich<sup>1)</sup> gezeigt hat, beide Phtalbenzo-*p*-toluidine; er hat aber ihre Constitution nicht festgestellt.

<sup>1)</sup> Diese Berichte 17, 2679.