

1-Diphenylamino-anthrachinon.

0.5 g 1-Jodanthrachinon, 10 g Diphenylamin und 3 g Kupferacetat werden 8 Stunden im Ölbad auf 250° erhitzt. Nach kurzer Zeit wird die gelbrote Lösung tief carminrot gefärbt. Die erkaltete Schmelze zieht man mit kochendem Alkohol aus, bis sich nichts mehr löst. Derselbe ist dann tief carminrot gefärbt und scheidet beim Abkühlen ein schwarzrotes, nicht krystallisierendes Harz ab. Auch bei mehrmaligem Umkrystallisieren bleibt dasselbe schmierig. Es ist zum Teil löslich in Eisessig mit roter Farbe. Die in Alkohol und Eisessig schwer oder unlöslichen Teile werden gesammelt, in Benzol gelöst, vom Kupferjodür abfiltriert und mit Petroläther gefällt. Ausbeute ca 1 g. Für die Analyse wurde die Fällung noch einigemal ausgeführt. Man erhält so ein schwarzrotes Pulver mit rotem Strich auf Porzellan, das folgende Analyse ergab:

0.1773 g Sbst.: 6.1 ccm N (24°, 726 mm).

$C_{26}H_{17}O_2N$. Ber. N 3.73. Gef. N 3.78.

Die Reaktion verläuft aber mit dem Diphenylamin bedeutend schlechter als mit dem Carbazol und unter Bildung von Nebenprodukten. So konnte aus der Schmelze Anthrachinon isoliert werden, das durch Schmelzpunkt und Analyse identifiziert wurde. Das 1-Diphenylamino-anthrachinon löst sich in konzentrierter Schwefelsäure olivgrün, mit Borsäure erhitzt wird die Lösung braun. Es ist sehr leicht löslich in Benzol, Chloroform, Pyridin mit roter Farbe. Unlöslich in Alkohol und sehr schwer löslich in Eisessig.

Für die freundliche Überlassung von Präparaten danke ich den Farbenfabriken vorm. F. Bayer & Co. auch an dieser Stelle.

Genf, Universitätslaboratorium. Abteilung für Organische Chemie, Prof. Pictet, 6. Juli 1907.

505. W. Meigen: Berichtigung betreffs Methylfurfur- *anti*-aldoxim.

(Eingegangen am 5. August 1907.)

In Gemeinschaft mit Fromherz habe ich kürzlich einige Beobachtungen über die Oxime des Methylfurols mitgeteilt ¹⁾. In Übereinstimmung mit dem von Goldschmidt und Zanoli ²⁾ beim Furol gefundenen Verhalten nahmen wir an, daß die bei der Behandlung des Methylfurols mit Hydroxylamin bei Gegenwart von überschüssigem

¹⁾ Diese Berichte **40**, 403 [1907]. ²⁾ Diese Berichte **25**, 2573 [1892].

Alkali zuerst entstehende Verbindung vom Schmp. 51—52° ein Gemisch aus der *syn*- und *anti*-Form des Oxims sei. Nach Versuchen, die inzwischen von Hrn. Gundlach im hiesigen Laboratorium ausgeführt worden sind, ist dies jedoch nicht richtig, der Körper ist vielmehr reines Methylfurfur-*anti*-aldoxim. Mischt man ihn mit der bei 112° schmelzenden *syn*-Form des Oxims, so sinkt der Schmelzpunkt auf 38°. Auch beim Furof selbst erhielt Hr. Gundlach nach der gleichen Vorschrift sofort reines Furfur-*anti*-aldoxim vom Schmp. 74°. Damit ist aber jeder Grund weggefallen, die bei 51—52° schmelzende Verbindung als ein Gemisch anzusehen.

Freiburg i. Bd., Chem. Univ.-Labor. (Abt. d. phil. Fak.).

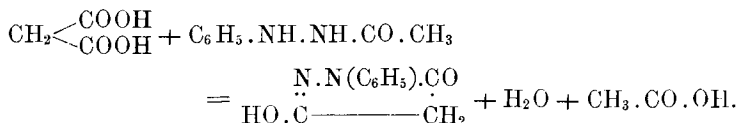
506. A. Michaelis und Konrad Schenk:

Über ein neues Verfahren zur Darstellung von aromatischen 3-Hydroxyl-5-pyrazolonen oder Pyrazolidonen.

[Mitteilung aus dem Chemischen Institut der Universität Rostock.]

(Eingegangen am 5. August 1907.)

Das 1-Phenyl-3-hydroxyl-5-pyrazolon oder 1-Phenyl-3.5-pyrazolidon wurde von A. Michaelis und R. Burmeister¹⁾ durch Einwirkung von Phenylhydrazin auf Chlormalonsäureester erhalten. Diese Reaktion gibt in der später von A. Michaelis und H. Röhmer²⁾ angegebenen Ausführung zwar eine gute Ausbeute, ist aber immerhin kompliziert, da bei derselben 1 Mol. Phenylhydrazin in Benzol und Stickstoff übergeführt wird, und ist nicht anwendbar, wenn es sich um Derivate handelt, die in 4-Stellung substituiert sind. Wir haben nun gefunden, daß sich diese Verbindung, ihre Derivate und Homologen bequem nach einem, der Methode von Michaelis-Mayer³⁾ zur Darstellung von 3-Pyrazolonen ähnlichem Verfahren erhalten lassen, indem man Malonsäure oder alkylierte Malonsäuren, Acetylphenylhydrazin und Phosphortrichlorid auf einander einwirken läßt, wobei Wasser und Essigsäure austreten, die durch das Phosphortrichlorid weiter verändert werden:



¹⁾ Diese Berichte **25**, 1502 [1892]

²⁾ Diese Berichte **31**, 3003 [1898].

³⁾ Ann. d. Chem. **338**, 273.