

212. Gustav Wanag und Arturs Veinbergs: Kondensation primärer Aminoverbindungen mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig.

[Aus d. Organ. Laborat. d. Universität Riga, Lettland.]

(Eingegangen am 26. Oktober 1942.)

In zwei Mitteilungen¹⁾²⁾ hat der eine von uns gezeigt, daß die Kondensation primärer Amine mit Phthalsäureanhydrid besonders glatt und vollständig in Eisessig verläuft. Mit Hilfe der Farbreaktionen mit Bindon³⁾ ist es gelungen, das Ende der Reaktion gut zu erkennen und die Geschwindigkeit der Reaktion mit Mono-, Di- und Polyaminen auf einfache Weise zu verfolgen. Da bei einem Überschuß an Phthalsäureanhydrid alles Amin leicht in Reaktion zu bringen ist und die entstandenen *N*-substituierten Phthalimide leicht rein zu erhalten sind und größtenteils genügend scharfe Schmelzpunkte aufweisen, so kann man mit Hilfe dieser Reaktion nicht nur primäre Amine identifizieren, sondern auch sie von den sekundären und tertiären trennen.

Um ein vollständiges Bild über alle Gruppen der primären Amine zu erhalten, haben wir auch das Verhalten von Aminen untersucht, die außer primären Aminogruppen noch andere funktionelle Gruppen enthalten. Es ist mit Hilfe von Bindon⁴⁾ besonders verfolgt worden, ob die Kondensation der entsprechenden Aminoverbindung mit Phthalsäureanhydrid vollständig verläuft, wie rasch sie erfolgt und ob das entstandene Kondensationsprodukt völlig rein erhalten wird. Zusammen mit den substituierten Aminen sind auch noch einige nichtsubstituierte untersucht worden.

Monohalogenaniline kondensieren sich leicht und vollständig mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig, wenn auch etwas langsamer als Anilin selbst. Am schnellsten kondensiert sich *m*-Chlor-anilin, langsamer *o*- und *p*-Chlor-anilin, *p*-Brom-anilin rascher als *p*-Chlor-anilin und *p*-Jod-anilin etwa ebenso schnell wie *p*-Brom-anilin. 2.4.6-Tribrom-anilin in Eisessig kondensiert sich nicht mit Phthalsäureanhydrid. Pratt und Young haben gezeigt⁵⁾, daß auch Tetrachlorphthalsäureanhydrid und Tribromanilin sich nur nach dem Verschmelzen unter Zusatz von Zinkchlorid kondensieren.

Aminophenole, Anisidine und Phenetidine kondensieren sich leicht vollständig mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig, und zwar auch hier *p*-Verbindungen rascher als *o*- und *m*-Verbindungen. Auch die Kondensationen mit Aminonaphtholen und Diaminophenolen verlaufen gut.

Nitroaminoverbindungen kondensieren sich langsamer als die entsprechenden nicht nitrierten Verbindungen. Da *o*-Nitro-aminoverbindungen mit Bindon in Eisessig keine blaue oder grüne Färbung geben⁴⁾, konnte die Geschwindigkeitsreaktion bei diesen Stoffen nicht verfolgt werden. Auch mit Pikraminsäure konnte man ein Kondensationsprodukt erhalten, dagegen nicht mit 2.4-Dinitro-anilin und Pikramid.

Auch alle drei Aminobenzoesäuren kondensieren sich leicht mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig quantitativ, jedoch langsamer, besonders

¹⁾ G. Wanag, Latvijas Univ. Raksti [Acta Univ. Latviensis], chem. Ser. **4**, 405 [1939] (C. **1939** II, 3815).

²⁾ G. Wanag, B. **75**, 719 [1942].

³⁾ G. Wanag, Ztschr. analyt. Chem. **113**, 21 [1938]; **119**, 413 [1940].

⁴⁾ G. Wanag, Ztschr. analyt. Chem. **122**, 119 [1941].

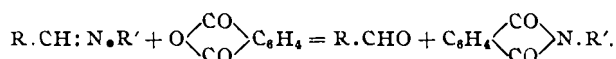
⁵⁾ Journ. Amer. chem. Soc. **40**, 1417 [1918].

Anthranilsäure und sein Methylester. Noch langsamer verläuft die Kondensation mit 2-Amino-5-jod-benzoesäure⁶⁾ und bleibt mit *p*-Nitro-*o*-amino-benzoesäure (Schering) aus. Ziemlich rasch verläuft die Kondensation mit einigen Lokalanästheticis, die Derivate der *p*-Aminobenzoesäure sind, z. B. mit Anästhesin, Novocain, Larocain und Tutocain. Phthalylanästhesin fällt leicht aus, während phthalyliertes Novocain, Larocain und Tutocain, die noch eine tertiäre Aminogruppe enthalten und also basisch reagieren, in der sauren Lösung verbleiben und nur nach dem Neutralisieren ausfallen. Das phthalylierte Tutocain wurde auch auf diese Weise nicht rein erhalten.

Aminozimtsäuren sowie Aminosalicylsäure lassen sich in normaler Weise kondensieren, *o*-Amino-zimtsäure rascher als *p*-Amino-zimtsäure.

Sulfanilsaures Natrium ist in gewöhnlicher Weise phthalylierbar, allerdings wegen der sehr geringen Löslichkeit seiner Salze in Eisessig sehr langsam. Langsam verläuft die Reaktion auch mit Sulfanilsäureamid (Prontosil), rascher mit seinen Derivaten (z. B. Uliron). Freie Sulfanilsäure kondensiert sich nicht mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig, da, wie bekannt, das entsprechende Kondensationsprodukt nicht beständig ist.

Mit Schiffschen Basen verläuft die Reaktion mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig ebenso wie mit freien primären Aminen und auch mit etwa derselben Geschwindigkeit glatt unter Bildung des entsprechenden *N*-substituierten Phthalimids und Freiwerden des Aldehyds⁷⁾ (Geruch):



Auch beim Verschmelzen der Schiffschen Basen mit Phthalsäureanhydrid bildet sich das entsprechende *N*-substituierte Phthalimid, während in anderen Lösungsmitteln ein Gemisch verschiedener Produkte⁸⁾ entsteht.

Primäre Aminogruppen in heterocyclischen Verbindungen kondensieren sich normal mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig, wie es schon früher bei 2-Amino-pyridin angegeben wurde¹⁾. Ebenso verläuft die Kondensation mit 2,6-Diamino-pyridin, Rivanol, Trypaflavin u. a. normal. Auch Aminoazoverbindungen geben häufig normale Kondensationsprodukte, z. B. Aminoazobenzol¹⁾. In einigen anderen Fällen dagegen tritt eine Spaltung der Azoverbindung ein, wie schon bei der Verschmelzung mit Phthalsäureanhydrid beobachtet worden ist⁹⁾. Darüber wird besonders berichtet werden.

Die Kondensationsgeschwindigkeiten der obengenannten Aminoverbindungen und die Schmelzpunkte der entstandenen *N*-substituierten Phthalimide sind in der Tafel I zusammengestellt.

Aliphatische Aminoverbindungen, die außer primärer Aminogruppen noch andere funktionelle Gruppen enthalten, kondensieren sich im allgemeinen normal und vollständig mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig.

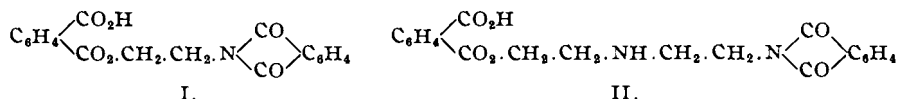
⁶⁾ Dargestellt nach C. Klemme u. J. Hunter, C. 1940 II, 3020.

⁷⁾ G. Wanag u. A. Veinbergs, B. 75, 725 [1942].

⁸⁾ Vergl. A. Ludwig u. R. Georgescu, C. 1940 I, 3649.

⁹⁾ Vergl. z. B. G. Crippa u. P. Galimberti, C. 1933 I, 2089; G. Crippa u. G. Perroncito, C. 1934 II, 3620; C. 1936 II, 79.

Die Reaktion verläuft ebenso wie mit nichtsubstituierten Aminen, nur langsamer. Bei Oxyaminoverbindungen wird in einigen Fällen die Oxy-Gruppe esterifiziert, so daß statt normalen Phthalimids sein saurer phthalsaurer Ester erhalten wird, z. B. mit Äthanolamin die Verbindung I, mit *N*-[β -Oxy-äthyl]-äthylendiamin die Verbindung II. Analoge Beispiele sind schon bekannt¹⁰⁾. In anderen Fällen findet dagegen die Esterifizierung der



Oxy-Gruppe nicht statt, z. B. mit β -Phenyl- β -oxy-äthylamin oder Diaminopropanol. Glucosamin gibt kein Kondensationsprodukt mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig; es scheint, daß sich hier die Karamelisierung des Glucosamins vollzieht. Dagegen kondensiert sich ω -Amino-acetophenon leicht. Verbindungen, die im Molekül aromatische Gruppen enthalten, kondensieren sich im allgemeinen rascher, auch wenn die aromatischen Gruppen nicht direkt mit der Aminogruppe verbunden sind; die Kondensationsprodukte sind weniger löslich und leicht in reiner Form erhältlich (Tyramin, Mezcalin u. a.).

Aliphatische Aminosäuren und deren Ester kondensieren sich normal mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig; die Reaktion vollzieht sich aber ziemlich langsam, in einigen Fällen ist sie sogar nach 8—10 Stdn. noch nicht völlig zu Ende. Auch wasserfreies Natriumacetat beschleunigt die Kondensation nicht merklich. Die entstandenen phthalylierten Aminosäuren sind in vielen Fällen nicht nur in Eisessig, sondern auch in Wasser sehr leicht löslich, so daß sie auf gewöhnliche Weise nicht isolierbar sind. Mit Cystin scheint die Kondensation überhaupt nicht stattzufinden, mit Cystein — sehr langsam. Asparagin gibt anfangs ein, wie es scheint, normales Phthalylasparagin, das aber bei weiterem Kochen in Phthalylasparaginsäure übergeht, so daß es nicht gelungen ist, das Phthalylasparagin in reiner Form zu isolieren.

Taurin unter Zugabe von wasserfreiem Natriumacetat kondensiert sich normal mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig.

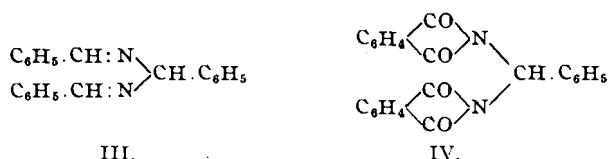
Mit Harnstoff findet eine Kondensation statt, die als Endprodukt Phthalimid gibt, also verläuft die Reaktion ähnlich wie bei Verschmelzen des Phthalsäureanhydrids mit Harnstoff¹¹⁾. Dagegen geben Thioharnstoff, Urethan, Guanidin, Aminoguanidin, Acetamidin, Benzamidin, die in der Tat keine Amino-, sondern Säureamid-Gruppen enthalten, mit Phthalsäureanhydrid keine Kondensationsprodukte. Auch Mercuriamidochlorid, $\text{H}_2\text{N} \cdot \text{HgCl}$, zerfällt während des Kochens und hinterläßt in Eisessig unlösliches Mercurochlorid. Dagegen kondensieren sich asymmetrisch disubstituierte Hydrazine, die eine freie Amino-Gruppe enthalten, leicht und normal mit Phthalsäureanhydrid, z. B. *asymm.* Methylphenyl- und *asymm.* Diphenylhydrazin.

Auch Schiffssche Basen aus aliphatischen Aminen kondensieren sich mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig ähnlich wie Schiffssche Basen aus

¹⁰⁾ Vergl. z. B. M. Sprung, Journ. Amer. chem. Soc. **61**, 3381 [1939].

¹¹⁾ A. Piutti, A. **214**, 18 [1882].

aromatischen Aminen unter Freiwerden des Aldehyds. Dagegen gibt Hydrobenzamid (III) nur Phthalimid und Benzaldehyd; es entsteht nicht



das erwartete Produkt IV, weshalb man auch die dem Hydrobenzamid gewöhnlich zugeschriebene Struktur III bezweifeln kann (Diaminomethan, $\text{H}_2\text{N} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{NH}_2$, kondensiert sich normal mit Phthalsäureanhydrid²⁾).

Tafel 1.

1 Mol. Aminoverbindung + 1.5 bis 2 Mol. Phthalsäureanhydrid auf jede Aminogruppe und 30—40 Mol. Eisessig.

Aminoverbindung	Die Reaktion ist beendet nach Min.	Schmp. des entsprechenden Phthalimids	Aminoverbindung	Die Reaktion ist beendet nach Min.	Schmp. des entsprechenden Phthalimids
<i>o</i> -Chlor-anilin	115	143°	7-Nitro-2-amino-fluoren ..	40	323°
<i>m</i> -Chlor-anilin	70	163°	Dinitrobenzidin	180	308°
<i>p</i> -Chlor-anilin	125	197°	Pikraminsäure		224°
<i>p</i> -Brom-anilin	70	206°	<i>o</i> -Amino-benzoesäure ...	390	220°
<i>p</i> -Jod-anilin	75	230°	<i>m</i> -Amino-benzoesäure ...	95	284°
<i>o</i> -Amino-phenol	45	223°	<i>p</i> -Amino-benzoesäure ...	180	290°
<i>m</i> -Amino-phenol	75	231°	Anthranilsäuremethylester	>300	161°
<i>p</i> -Amino-phenol	30	295°	Anästhesin	55	153°
<i>o</i> -Anisidin	70	159°	Novocain	50	96.5°
<i>m</i> -Anisidin	50	128°	Larocain	30	113°
<i>p</i> -Anisidin	45	162°	Tutocain	45	
<i>o</i> -Phenetidin	75	123°	2-Amino-5-jod-benzoesäure		214°
<i>m</i> -Phenetidin	60	116°	Aminosalicylsäure	60	282°
<i>p</i> -Phenetidin	45	206°	<i>o</i> -Amino-zimtsäure	35	233°
1-Amino-naphthol-(2) ...	~100	222°	<i>p</i> -Amino-zimtsäure	80	320°
2,4-Diamino-phenol	100	288°	Sulfanilsaures Natrium ..	300	
<i>p</i> -Amino-acetophenon ...	125	240°	Sulfanilsäureamid		
β -Amino-anthrachinon ...		287°	(Prontosil)	300	320°—322°
<i>o</i> -Nitranilin		199°	Uliron	130	282°
<i>m</i> -Nitranilin	95	246°	Arsanilsäure	55	383°
<i>p</i> -Nitralinin	90	268°	Arsanilsaures Natrium		
Nitrotoluidin			(Atoxyl)	45	384°
($\text{CH}_3 : \text{NH}_2 : \text{N}(\text{O})_2 = 1 : 2 : 3$)		172°	Benzalanilin	45	205°
== 1 : 2 : 4	80	234°	<i>N,N</i> -Diäthyl- <i>m</i> -phenylen-		
== 1 : 2 : 5	120	201°	diamin	50	120°
== 1 : 4 : 2	225	222°	2,6-Diamino-pyridin		354°
== 1 : 4 : 3		187°	Rivanol		265°
1-Nitro-naphthylamin-(2)		203°	Trypaflavin		250°

Tafel 2.

1 Mol. Aminoverbindung + 1.5 bis 2 Mol. Phthalsäureanhydrid auf jede Aminogruppe und 30–40 Mol. Eisessig.

Aminoverbindung	Die Reaktion ist beendet nach Min.	Schmp. des entsprechenden Phthalimids	Aminoverbindung	Die Reaktion ist beendet nach Min.	Schmp. des entsprechenden Phthalimids
β -Phenyl-isopropylamin ..	>240	86°	Histidin	60	296°
Bornylamin		156°	α -Amino-buttersäure	270	94–95°
Äthanolamin	55	166° (I)	β -Amino-buttersäure	260	108–109°
Diaminopropanol	45	203°	α -Amino-isovaleriansäure ..	240	103°
β -Phenyl- β -oxy-äthylamin	240	158°	Leucin	>250	140°
N-[β -Oxy-äthyl]-äthylen-			Ornithin	420	186°
diamin	50	flüssig (II)	d-Lysin	420	171°
Tyramin	150	227°	Asparaginsäure	>270	226°
Mezcalin	80	165°	Taurin		330–340° (Verkohlung)
Histamin	270				
ω -Amino-acetophenon ...	70	166°	asymm. Methylphenyl-		
Glykokoll	120	193°	hydrazin		123°
Glykokolläthylester	>200	111°	asymm. Diphenylhydrazin		155°
Phenylaminoessigsäure ..	240	175°	Harnstoff		232°
α -Alanin	180	164°			(Phthalimid)
Phenylalanin	220	182°	Benzalmethylamin	160	134°
Tyrosin	>270	268°	Benzaläthylamin	150	78°
Dibromtyrosin	210	75–76°	Hydrobenzamid	270	232°
Dijodtyrosin	230	72–74°			(Phthalimid)

Als besonders schwer kondensierbar erwies sich Bornylamin. Unter gewöhnlichen Bedingungen ist die Kondensationsreaktion noch nach 18 Stdn. nicht zu Ende. Nimmt man auf 1 Mol. Bornylamin 4 Mol. Phthalsäureanhydrid und 30 Mol. Eisessig, so ist die Reaktion nach 16 Stdn. zu Ende. Das Reaktionsprodukt krystallisiert schwer.

Die Kondensationsgeschwindigkeiten obengenannter Aminoverbindungen und die Schmelzpunkte der entstandenen *N*-substituierten Phthalimide sind in der Tafel 2 zusammengestellt.

Die Schmelzpunkte der in dieser Arbeit beschriebenen Phthalimido-Verbindungen sind fast immer genügend scharf und liegen größtenteils in dem sicher bestimmaren Bezirk. Auch die Schmelzpunkte der isomeren Verbindungen liegen häufig genügend weit voneinander, um diese Verbindungen sicher zu erkennen (vergl. Tafel 1 und 2). Nur vereinzelte phthalylierte Aminoverbindungen besitzen so hohe Schmelzpunkte, daß diese in der üblichen Weise nicht scharf bestimmbar sind, z. B. *p*-Phthalimidozimtsäure (320°), 7-Nitro-2-phthalimido-fluoren (323°), 2,6-Diphthalimidopyridin (354°), *p*-Phthalimido-phenylarsinsäure (383°). Dasselbe ist schon früher bei einigen phthalylierten Di- und Polyaminen, die keine anderen funktionellen Gruppen enthalten, beobachtet worden. Verhältnismäßig ebenso selten sind solche Fälle, in denen die entsprechenden Phthalimide zu niedrige Schmelzpunkte besitzen oder sich ölig ausscheiden und wo das Öl schwierig krystallisierbar ist, z. B. *N-n*-Butyl-phthalimid (Schmp. 34°),

α -Phthalimido-buttersäure (ziemlich schwer krystallisierbares Öl). In diesen vereinzelt Fällen kann man statt des Phthalsäureanhydrids einige andere Anhydride der Dicarbonsäuren verwenden, worüber besonders berichtet werden wird.

Zusammenfassend kann man sagen, daß die Charakterisierung primärer aromatischer und aliphatischer Aminoverbindungen durch die entsprechenden Phthalimide völlig befriedigende Ergebnisse liefert. Die Mengen der verwendbaren Aminoverbindungen können häufig sehr klein sein. Manche Versuche sind mit 0.1 g, 0.05 g und mit noch weniger Substanz ausgeführt worden.

Die Kondensation primärer Amine mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig zeigt große Analogie mit der Kondensation durch Verschmelzen. Doch ist in Eisessig die Reaktions-temperatur niedriger, die Kondensationsprodukte sind fast immer sehr einfach isolierbar und gewöhnlich sehr rein. Diese große Reinheit der entstehenden Phthalimide ist auf den ersten Blick nicht so einfach verständlich. Es ist bekannt, daß manche primäre Amine in Eisessig ziemlich leicht acetylierbar sind, wobei Phthalsäureanhydrid als Wasseracceptor theoretisch diese Reaktion noch fördern kann. Darum ist schon in der ersten Arbeit¹⁾ nach den acetylierten Aminen gesucht worden, doch ohne Erfolg. Auch hi r konnten wir niemals acetylierte Amine nachweisen. Eine Erklärung gibt eine unlängst veröffentlichte Arbeit⁷⁾, in der wir einen näheren Einblick in den Mechanismus der Phthalimid-Bildung gewonnen haben. Aus primärem Amin und Phthalsäureanhydrid in Eisessig bildet sich rasch und anscheinend quantitativ die entsprechende Phthalimidsäure, die dann langsamer weiter in das Phthalimid übergeht. (Auf die nähere Untersuchung dieses Vorgangs beabsichtigen wir noch einmal zurückzukommen.) Da in Eisessig freies Amin sehr rasch verschwindet, kann auch seine Acetylierung nicht merklich fortschreiten. Kleine Mengen von Acetylverbindungen, die entstehen können, werden aber während des Kochens mit überschüssigem Phthalsäureanhydrid in das entsprechende Phthalimid umgewandelt, da angestellte Versuche gezeigt haben, daß z. B. Acetanilid beim Kochen mit Phthalsäureanhydrid in Eisessig langsam in Phthalanil übergeht. Als Endprodukte ergeben sich also nur reine *N*-substituierte Phthalimide.

Über Verwendung des Phthalsäureanhydrids in Eisessig zur Trennung primärer Amine von den sekundären und tertiären wird in einer besonderen Arbeit berichtet werden.

Beschreibung der Versuche.

In allen beschriebenen Versuchen wurden auf jede im Mol. vorhandene Aminogruppe 1.5—2 Mol. Phthalsäureanhydrid und 30—60 Mol. Eisessig angewendet. Wenn die entstehenden Phthalimide sehr wenig in Eisessig löslich waren, wurde die Menge Eisessig erhöht, bei sehr löslichen Phthalimiden vermindert. Der Arbeitsgang ist derselbe wie früher beschrieben^{1) 2)}.

N-[2-Chlor-phenyl]-phthalimid: Aus *o*-Chlor-anilin. Weiße Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 143°.

$C_{14}H_8O_2NCl$ (257.5). Ber. N 5.44. Gef. N 5.63.

N-[3-Chlor-phenyl]-phthalimid: Aus *m*-Chlor-anilin. Weiße Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 163°.

$C_{14}H_8O_2NCl$ (257.5). Ber. N 5.44. Gef. N 5.58.

N-[4-Chlor-phenyl]-phthalimid: Aus *p*-Chlor-anilin. Weiße, lange, verfilzte Nadeln (aus Eisessig). Schmp. 197°.

$C_{14}H_8O_2NCl$ (257.5). Ber. N 5.44. Gef. N 5.55.

N-[4-Brom-phenyl]-phthalimid: Aus *p*-Brom-anilin. Lange, sechseckige Tafeln (aus Eisessig). Schmp. 206°.

$C_{14}H_8O_2NBr$ (302.1). Ber. N 4.63. Gef. N 4.37.

N-[4-Jod-phenyl]-phthalimid: Aus *p*-Jod-anilin. Schon nach etwa 10 Min. fällt ein Niederschlag aus. Weiße Krystalle (aus Eisessig); färben sich beim Stehen am Licht etwas violett. Schmp. 230°.

$C_{14}H_9O_3N$ (349.1). Ber. N 4.01. Gef. N 3.87.

N-[2-Oxy-phenyl]-phthalimid: Aus *o*-Amino-phenol. Weiße Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 223°.

$C_{14}H_9O_3N$ (239.2). Ber. N 5.86. Gef. N 5.79.

N-[3-Oxy-phenyl]-phthalimid: Aus *m*-Amino-phenol. Weiße glänzende Blättchen (aus Eisessig). Schmp. 231°.

$C_{14}H_9O_3N$ (239.2). Ber. N 5.86. Gef. N 5.81.

N-[4-Oxy-phenyl]-phthalimid: Aus *p*-Amino-phenol. Weiße Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 295°.

$C_{14}H_9O_3N$ (239.2). Ber. N 5.86. Gef. N 5.67.

N-[2-Methoxy-phenyl]-phthalimid: Aus *o*-Anisidin. Weiße Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 159°.

$C_{15}H_{11}O_3N$ (253.2). Ber. N 5.53. Gef. N 5.52.

N-[3-Methoxy-phenyl]-phthalimid: Aus *m*-Anisidin. Weiße lange Nadeln (aus Eisessig). Schmp. 128°.

$C_{15}H_{11}O_3N$ (253.2). Ber. N 5.53. Gef. N 5.42.

N-[4-Methoxy-phenyl]-phthalimid: Aus *p*-Anisidin. Weiße Nadeln (aus Eisessig). Schmp. 162°.

$C_{15}H_{11}O_3N$ (253.2). Ber. N 5.53. Gef. N 5.41.

N-[2-Äthoxy-phenyl]-phthalimid: Aus *o*-Phenetidin. Große farblose Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 123°.

$C_{16}H_{13}O_3N$ (267.3). Ber. N 5.24. Gef. N 5.21.

N-[3-Äthoxy-phenyl]-phthalimid: Aus *m*-Phenetidin. Weiße Nadeln (aus Eisessig). Schmp. 116°.

$C_{16}H_{13}O_3N$ (267.3). Ber. N 5.24. Gef. N 5.46.

N-[4-Äthoxy-phenyl]-phthalimid: Aus *p*-Phenetidin. Gelbe Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 206°.

$C_{16}H_{13}O_3N$ (267.3). Ber. N 5.24. Gef. N 5.20.

1-Phthalimido-naphthol-(2): Aus 1-Amino-naphthol-(2)-hydrochlorid unter Zusatz von wasserfreiem Natriumacetat. Braune Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 222°.

$C_{18}H_{11}O_3N$ (289.3). Ber. N 4.84. Gef. N 4.82.

2,4-Diphthalimido-phenol: Aus 2,4-Diamino-phenol-hydrochlorid unter Zusatz von wasserfreiem Natriumacetat. Bräunliche Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 288°.

$C_{22}H_{12}O_6N_2$ (384.3). Ber. N 7.29. Gef. N 7.17.

4-Phthalimido-acetophenon: Aus *p*-Amino-acetophenon. Schon nach etwa 10 Min. fällt ein Niederschlag aus. Weiße verfilzte Nadeln (aus Eisessig). Schmp. 240°.

$C_{16}H_{11}O_3N$ (265.3). Ber. N 5.28. Gef. N 5.21.

2-Phthalimid-*o*-anthrachinon: Aus β -Amino-anthrachinon. Dieses gibt keine positive Reaktion mit Bindon⁵⁾. Es wurde 6 Stdn. gekocht, wobei die rote Lösung immer bräunlicher und gelber wurde. Beim Erkalten schieden sich bräunliche Krystalle aus. Nach dem Umkrystallisieren aus Eisessig unter Zusatz von Kohle bräunlichgelbe feine Prismen. Schmp. 287°.

$C_{22}H_{11}O_4N$ (353.3). Ber. N 3.96. Gef. N 4.14.

N-[2-Nitro-phenyl]-phthalimid: Aus *o*-Nitranilin. Nach etwa 15 Min. fällt ein Niederschlag aus. Gelbliche Krystalle (aus Methanol). Schmp. 199°.

$C_{14}H_8O_4N_2$ (268.2). Ber. N 10.45. Gef. N 10.40.

N-[3-Nitro-phenyl]-phthalimid: Aus *m*-Nitranilin. Nach etwa 10 Min. fällt ein Niederschlag aus. Weiße Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 246°.

$C_{14}H_8O_4N_2$ (268.2). Ber. N 10.45. Gef. N 10.29.

N-[4-Nitro-phenyl]-phthalimid: Aus *p*-Nitranilin. Nach etwa 10 Min. fällt ein Niederschlag aus. Lange, weiße, weiche, verfilzte Nadeln (aus Eisessig). Schmp. 268°.

$C_{14}H_8O_4N_2$ (268.2). Ber. N 10.45. Gef. N 10.56.

N-[2-Nitro-6-methyl-phenyl]-phthalimid: Aus 3-Nitro-2-amino-toluol. Gelbe Krystalle (aus Alkohol). Schmp. 172°.

$C_{15}H_{10}O_4N_2$ (282.2). Ber. N 9.93. Gef. N 9.82.

N-[5-Nitro-2-methyl-phenyl]-phthalimid: Aus 4-Nitro-2-amino-toluol. Weiße Nadeln (aus Eisessig). Schmp. 234°.

$C_{15}H_{10}O_4N_2$ (282.2). Ber. N 9.93. Gef. N 10.15.

N-[4-Nitro-2-methyl-phenyl]-phthalimid: Aus 5-Nitro-2-amino-toluol. Weiße Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 201°.

$C_{15}H_{10}O_4N_2$ (282.2). Ber. N 9.93. Gef. N 9.81.

N-[3-Nitro-4-methyl-phenyl]-phthalimid: Aus 2-Nitro-4-amino-toluol. Nach etwa 15 Min. fällt ein Niederschlag aus. Weiße Nadeln (aus Eisessig). Schmp. 222°.

$C_{15}H_{10}O_4N_2$ (284.2). Ber. N 9.93. Gef. N 9.75.

N-[2-Nitro-4-methyl-phenyl]-phthalimid: Aus 3-Nitro-4-amino-toluol. Gelbe Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 187°.

$C_{15}H_{10}O_4N_2$ (282.2). Ber. N 9.93. Gef. N 10.08.

1-Nitro-2-phthalimido-naphthalin: Aus 1-Nitro-naphthylamin-(2). Dieses als *o*-Nitro-aminoverbindung⁵⁾ gibt keine positive Reaktion mit Bindon. Nach 4 Stdn. und Erkalten erhält man einen Stoff, der bei 144° schmilzt, hauptsächlich unverändertes Ausgangsmaterial. Nach 12-stdg. Kochen und Erkalten fallen gelbe Krystalle aus, die bei 203° schmelzen.

$C_{18}H_{10}O_4N_2$ (318.3). Ber. N 8.81. Gef. N 9.17.

7-Nitro-2-phthalimido-fluoren: Aus 7-Nitro-2-amino-fluoren. Rasch fällt ein Niederschlag aus. Graugelbe leichte, watteähnliche Krystalle (aus viel Eisessig). Schmp. 323°.

$C_{21}H_{12}O_4N$ (356.3). Ber. N 8.05. Gef. N 8.17.

2,2'-Dinitro-4,4'-diphthalimido-diphenyl, Diphthalyl-2,2'-dinitro-benzidin: Aus 2,2'-Dinitro-benzidin¹²⁾. Nach etwa 5 Min. fällt ein Niederschlag aus. Gelbes Pulver (aus Nitrobenzol). Schmp. 308°.

$C_{28}H_{14}O_8N_4$ (534.4). Ber. N 10.49. Gef. N 10.13.

4,6-Dinitro-2-phthalimido-phenol, Phthalylpikraminsäure: Aus Pikraminsäure. Es wurde 70 Min. gekocht. Bräunliche Krystalle (aus Alkohol). Schmp. 224°.

$C_{14}H_7O_7N_3$ (329.2). Ber. N 12.77. Gef. N 12.77.

2-Phthalimido-benzoesäure: Aus Anthranilsäure. Weiße Krystalle (aus etwa 50-proz. Essigsäure). Schmp. 220°.

$C_{15}H_9O_4N$ (267.2). Ber. N 5.24. Gef. N 5.20.

3-Phthalimido-benzoesäure: Aus *m*-Amino-benzoesäure. Weiße weiche Nadeln (aus Eisessig). Schmp. 284°.

$C_{15}H_9O_4N$ (267.2). Ber. N 5.24. Gef. N 5.06.

4-Phthalimido-benzoesäure: Aus *p*-Amino-benzoesäure. Schon nach etwa 5 Min. fällt ein Niederschlag aus. Weiße, weiche Nadeln (aus Eisessig). Schmp. 290°.

$C_{15}H_9O_4N$ (267.2). Ber. N 5.24. Gef. N 4.96.

2-Phthalimido-benzoesäuremethylester: Aus Anthranilsäuremethylester. Weiße Krystalle (aus etwa 50-proz. Essigsäure). Schmp. 161°.

$C_{14}H_{11}O_4N$ (281.3). Ber. N 4.98. Gef. N 4.96.

¹²⁾ Dargestellt nach E. Tauber, B. 23, 795 [1890].

4-Phthalimido-benzoesäureäthylester: Aus *p*-Amino-benzoesäureäthylester (Anästhesin). Lange, farblose Nadeln (aus Eisessig). Schmp. 153°.

$C_{17}H_{13}O_4N$ (295.3). Ber. N 4.75. Gef. N 4.97.

4-Phthalimido-benzoyl-diäthylaminoäthanol, Phthalylnovocain: Aus Novocain unter Zusatz von wasserfreiem Natriumacetat. Nach Aufkochen mit Wasser läßt man erkalten, neutralisiert mit Ammoniak und filtriert ab. Kleine, farblose Nadeln (aus verd. Alkohol). Schmp. 96.5°.

$C_{21}H_{22}O_4N_2$ (366.4). Ber. N 7.64. Gef. N 7.25.

Phthalyl-larocain: Aus Larocain analog der vorigen Verbindung. Feine Tafeln (aus Alkohol). Schmp. 113°.

$C_{24}H_{28}O_4N_2$ (408.5). Ber. N 6.86. Gef. N 6.69.

2-Phthalimido-5-jod-benzoesäure: Aus 2-Amino-5-jod-benzoesäure⁷⁾. Feine, bräunliche Nadeln (aus 80-proz. Essigsäure). Schmp. 214°.

$C_{15}H_8O_4NJ$ (393.1). Ber. N 3.56. Gef. N 3.49.

5-Phthalimido-2-oxy-benzoesäure, 5-Phthalimido-salicylsäure: Aus *p*-Amino-salicylsäure (Riedel-de Haën). Graues Pulver (aus Eisessig). Schmp. 282°.

$C_{15}H_8O_6N$ (283.2). Ber. N 4.94. Gef. N 5.16.

2-Phthalimido-zimtsäure: Aus *o*-Amino-zimtsäure: Feine, blaßgelbe Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 233°.

$C_{17}H_{11}O_4N$ (293.3). Ber. N 4.78. Gef. N 4.50.

4-Phthalimido-zimtsäure: Aus *p*-Amino-zimtsäure. Allmählich fällt ein krystallinischer Niederschlag aus. Blaßgelbe Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 320°. Die Löslichkeit in Eisessig ist viel geringer als bei der *o*-Verbindung.

$C_{17}H_{11}O_4N$ (293.3). Ber. N 4.78. Gef. N 4.60.

4-Phthalimido-benzolsulfonsaures Natrium, Phthalyl-sulfanilsaures Natrium: Aus sulfanilsaurem Natrium. Nachdem die Reaktion zu Ende ist, verdünnt man mit etwa dem gleichen Vol. Eisessig; nach dem Erkalten und einigem Stehen lassen saugt man die weiße Masse ab und krystallisiert aus Wasser um. Zur Analyse wird mit absol. Alkohol ausgekocht und nochmals aus Wasser umkrystallisiert.

$C_{14}H_8O_6NSNa$ (325.3). Gef. N 4.30. Ber. N 4.17.

4-Phthalimido-benzolsulfonsäure-(1)-amid, Phthalyl-sulfanilamid: Aus Sulfanilsäureamid. Rasch fällt ein krystallinischer Niederschlag der entsprechenden Phthalamidsäure⁷⁾ aus (große gleicheckige Tafeln), die dann langsam weiter in das entsprechende Phthalimid übergeht. Weiße, rhombische Tafeln (aus Eisessig). Schmp. 320—322° unter Zersetzung.

$C_{14}H_{10}O_4N_2S$ (302.3). Ber. N 9.27. Gef. 9.16.

4-[4'-Phthalimido-benzolsulfonamido]-benzolsulfondimethylamid, Phthalyluliron: Aus Uliron. Nach etwa 30 Min. fällt ein krystallinischer Niederschlag aus. Dieser wird heiß abgesaugt und aus Nitrobenzol umkrystallisiert. Weiße Krystalle. Schmp. 282°.

$C_{22}H_{18}O_6S_2N_3$ (485.5). Ber. N 8.66. Gef. N 8.43.

4-Phthalimido-phenylarsinsäure: Aus Arsanilsäure. Es fällt allmählich ein weißer Niederschlag aus. Dieser wird abgesaugt und zur Reinigung mit Wasser ausgekocht. Unlöslich in Wasser und in den gewöhnlichen organischen Lösungsmitteln, leicht löslich in Natronlauge, langsam in Natriumcarbonat. Schmp. 383° unter Zersetzung.

$C_{14}H_{10}O_6NAs$ (347.1). Ber. N 4.04. Gef. N 4.04.

Nimmt man statt Arsanilsäure Atoxyl, so verläuft die Reaktion ganz analog und es entsteht dieselbe 4-Phthalimido-phenylarsinsäure. Schmp. 384° unter Zersetzung.

$C_{14}H_{10}O_6NAs$ (347.1). Ber. N 4.04. Gef. N 3.89.

Phthalanil: Aus Benzalanilin. Weiße Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 205°.

$C_{14}H_9O_4N$ (223.2). Ber. N 6.28. Gef. N 6.29.

N-[3-Diäthylamino-phenyl]-phthalimid: Aus *asymm.* Diäthyl-*m*-phenylendiamin. Blaßgelbliche Nadeln (aus Alkohol unter Zusatz von Kohle). Schmp. 120°.

$C_{18}H_{18}O_2N_2$ (294.2). Ber. N 9.52. Gef. N 9.44.

2,6-Diphthalimido-pyridin: Aus 2,6-Diamino-pyridin. Weiße Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 354°.

$C_{21}H_{11}O_4N_3$ (369.3). Ber. N 11.38. Gef. N 11.51.

3,9-Diphthalimido-7-äthoxy-acridin, Diphthalylrivanol: Aus Rivanol. Hellgelbes Pulver (aus Eisessig). Schmp. 265° unter Zersetzung.

$C_{31}H_{19}O_6N_3$ (513.5). Ber. N 8.18. Gef. N 7.72.

3,6-Diphthalimido-10-methyl-acridiniumchlorid, Diphthalyl-trypaflavin: Aus Trypaflavin. Feines rotbraunes Pulver, zersetzt sich über 250°. Qualitative Reaktion auf Chlor positiv.

$C_{30}H_{18}O_4N_3Cl$ (519.9). Ber. N 8.09. Gef. N 8.11.

β -Phenyl-isopropyl-phthalimid: Aus β -Phenyl-isopropylamin. Weiße Krystalle (aus etwa 50-proz. Essigsäure). Schmp. 86°.

$C_{17}H_{18}O_2N$ (265.3). Ber. N 5.28. Gef. N 5.32.

Bornyl-phthalimid: Aus Bornylamin (Schering-Kahlbaum) (vergl. allgemeinen Teil). Weiße Krystalle (aus 80-proz. Essigsäure). Schmp. 156°.

$C_{18}H_{21}O_2N$ (283.4). Ber. N 4.94. Gef. N 5.26.

Saures Phthalat des β -Phthalimido-äthanol (I): Aus Äthanolamin. Weiße, glänzende Blättchen (aus Wasser). Löst sich in Natriumcarbonat und -bicarbonat unter Entwicklung von Kohlendioxyd. Die wäßrige Lösung reagiert sauer. Schmp. 166°.

$C_{18}H_{19}O_6N$ (339.3). Ber. N 4.13. Gef. N 4.23.

β -Phenyl- β -oxy-äthyl-phthalimid, 1-Phenyl-1-oxy-2-phthalimido-äthan: Aus β -Phenyl- β -oxy-äthylamin-hydrochlorid unter Zusatz von wasserfreiem Natriumacetat. Weiße, feine Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 158°.

$C_{18}H_{19}O_3N$ (267.3). Ber. N 5.24. Gef. N 5.30.

Saures Phthalat des Phthalyl-*N*-[β -oxy-äthyl]-äthylendiamins (II): Aus *N*-[β -Oxy-äthyl]-äthylendiamin (Schering-Kahlbaum): Bei der Verdünnung mit Wasser fällt kein Niederschlag aus. Es wird mit Chloroform ausgeschüttelt, das Chloroform verjagt und der Rückstand im Vak. über Natronkalk getrocknet. Hellgelbes Öl. Seine wäßrige Lösung reagiert mit Natriumcarbonat unter Kohlendioxyd-Entwicklung und färbt Lackmus rot.

$C_{20}H_{14}O_6N_2$ (378.3). Ber. N 7.41. Gef. N 7.74.

1,3-Diphthalimido-propanol-2, $\beta\beta$ -Diphthalimido-isopropylalkohol: Aus Diaminopropanol. Weiße, weiche, verfilzte Nadeln (aus verd. Essigsäure). Schmp. 203°.

$C_{19}H_{14}O_6N_2$ (350.3). Ber. N 8.00. Gef. N 7.68.

1-Phthalimido-2-[*p*-oxy-phenyl]-äthan, Phthalyl-tyramin: Aus Tyramin (Hoffmann-La Roche). Weiße, feine Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 227°.

$C_{18}H_{13}O_3N$ (267.3). Ber. N 5.24. Gef. N 5.07.

1-Phthalimido-2-[3,4,5-trimethoxy-phenyl]-äthan, Phthalyl-meizcalin: Aus Meizcalinhydrochlorid (Schuchardt) unter Zusatz von wasserfreiem Natriumacetat. Weiße Blättchen (aus Eisessig). Schmp. 165°.

$C_{19}H_{19}O_6N$ (341.4). Ber. N 4.10. Gef. N 4.34.

ω -Phthalimido-acetophenon: Aus ω -Amino-acetophenon-hydrochlorid unter Zusatz von wasserfreiem Natriumacetat. Weiße Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 166°.

$C_{16}H_{11}O_3N$ (265.3). Ber. N 5.28. Gef. N 5.46.

Phthalimidoessigsäure, Phthalylglycin: Aus Glykokoll. Weiße Krystalle (aus Alkohol). Schmp. 193°.

$C_{10}H_7O_4N$ (205.2). Ber. N 6.82. Gef. N 6.62.

Phthalimidoessigsäureäthylester: Aus Glykokolläthylesterhydrochlorid unter Zusatz von wasserfreiem Natriumacetat. Weiße Blättchen (aus Wasser). Schmp. 111°.

$C_{12}H_{11}O_4N$ (233.2). Ber. N 6.01. Gef. N 5.96.

α -Phthalimido-phenylessigsäure: Aus Phenyl-aminoessigsäure (Schuchardt). Weiße Blättchen (aus etwa 5-proz. Essigsäure). Schmp. 175°.

$C_{16}H_{11}O_4N$ (281.3). Ber. N 4.98. Gef. N 4.93.

α -Phthalimido-propionsäure, Phthalyl-alanin: Aus α -Alanin (Schering-Kahlbaum). Weiße, glänzende Blättchen (aus Wasser). Schmp. 164°.

$C_{11}H_9O_4N$ (219.2). Ber. N 6.39. Gef. N 6.20.

2-Phthalimido-3-phenyl-propionsäure, Phthalyl-phenylalanin: Aus *d*-Phenyl-alanin (Schuchardt). Weiße, feine Krystalle (aus 30-proz. Essigsäure). Wenig löslich in Wasser. Schmp. 182°.

$C_{17}H_{15}O_4N$ (295.3). Ber. N 4.74. Gef. N 4.80.

α -Phthalimido- β -[4-oxy-phenyl]-propionsäure, Phthalyl-tyrosin: Aus *l*-Tyrosin. Weiße, glänzende Krystalle (aus verd. Essigsäure). Schmp. 268° unter Zersetzung.

$C_{17}H_{15}O_5N$ (311.3). Ber. N 4.50. Gef. N 4.57.

α -Phthalimido- β -[4-oxy-3.5-dibrom-phenyl]-propionsäure, Phthalyl-dibromtyrosin: Aus Dibromtyrosin (Hoffmann-La Roche). Nach der Verdünnung mit Wasser scheidet sich die Verbindung als Öl aus, das beim Stehen fest wird. Dieses wird mit Chloroform extrahiert, das Chloroform verjagt und der Rückstand im Vakuumexsiccator über Natronkalk getrocknet. Versuche aus Wasser, Alkohol, verd. Essigsäure und Chloroform zu krystallisieren, waren erfolglos. Zur Analyse wird nochmals in Chloroform gelöst, filtriert und zur Trockne eingedunstet. Weiße Krystallmasse. Schmp. 75—76° unter Zersetzung.

$C_{17}H_{11}O_5NBr_2$ (469.1). Ber. N 2.99. Gef. N 2.95.

α -Phthalimido- β -[4-oxy-3.5-dijod-phenyl]-propionsäure, Phthalyl-dijodtyrosin: Aus Dijodtyrosin (Hoffmann-La Roche) analog dem vorangehenden Präparat. Schmp. 72—74° unter Zersetzung.

$C_{17}H_{11}O_5NJ_2$ (563.1). Ber. N 2.49. Gef. N 2.33.

α -Phthalimido- β -imidazolyl-propionsäure, Phthalyl-histidin: Aus Histidinhydrochlorid (0.2 g) unter Zusatz von wasserfreiem Natriumacetat. Nach dem Erkalten filtriert man den ausgeschiedenen Niederschlag, der größtenteils aus Natriumchlorid besteht, ab, verjagt die Essigsäure auf dem Wasserbad, wäscht den Rückstand mit absol. Alkohol aus und krystallisiert den ungelösten Teil aus wenig Wasser um. Aus Mangel an Material war die weitere Reinigung des Stoffes nicht möglich. Schmp. 296° unter Zersetzung. Wenig löslich in Chloroform.

$C_{14}H_{11}O_4N_3$ (285.3). Ber. N 14.73. Gef. N 14.00.

α -Phthalimido-buttersäure: Aus α -Amino-buttersäure. Nach Verdünnung mit Wasser fällt nichts aus. Es wird mit Chloroform extrahiert und das Chloroform verjagt. Es bleibt ein blaßgelbes Öl zurück, das beim Stehen im Exsiccator fest wird. Reine, farblose Krystalle (aus Äther + Petroläther). Schmp. 94—95°.

$C_{12}H_{11}O_4N$ (233.2). Ber. N 6.01. Gef. N 6.08.

β -Phthalimido-buttersäure: Aus β -Amino-buttersäure (Schuchardt) analog dem vorangehenden Präparat. Feine Blättchen (aus Wasser). Schmp. 108°.

$C_{12}H_{11}O_4N$ (233.2). Ber. N 6.01. Gef. N 6.03.

α -Phthalimido-isovaleriansäure: Aus α -Amino-isovaleriansäure. Weiße Krystalle (aus Wasser). Schmp. 103°.

$C_{13}H_{13}O_4N$ (247.2). Ber. N 5.67. Gef. N 5.74.

α -Phthalimido-isocaprionsäure, Phthalyl-leucin: Aus *d,l*-Leucin (Schering-Kahlbaum). Weiße Krystalle (aus verd. Essigsäure). Schmp. 140°.

$C_{14}H_{15}O_4N$ (261.3). Ber. N 5.36. Gef. N 5.40.

2.5-Diphthalimido-valeriansäure, Diphthalyl-ornithin: Aus *d*-Ornithinhydrochlorid (Schuchardt) unter Zusatz von wasserfreiem Natriumacetat. Weiße Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 186°.

$C_{21}H_{18}O_6N_2$ (392.3). Ber. N 7.14. Gef. N 7.26.

2.6-Diphthalimido-capronsäure, Diphthalyl-lysin: Aus *d*-Lysin-dihydrochlorid (Schuchardt) unter Zusatz von wasserfreiem Natriumacetat. Feine, farblose Krystalle (aus 80-proz. Essigsäure). Schmp. 171°.

$C_{22}H_{18}O_6N_2$ (406.4). Ber. N 6.89. Gef. N 7.04.

Phthalimido-bernsteinsäure, Phthalyl-asparaginsäure: Aus Asparaginsäure. Weißes, krystallinisches Pulver (aus verd. Essigsäure). Schmp. 226°.

$C_{12}H_9O_6N$ (263.2). Ber. N 5.32. Gef. N 5.14.

Dieselbe Verbindung entsteht auch aus Asparagin bei längerem Kochen (10 Stdn.). Schmp. 226°.

$C_{12}H_9O_6N$ (263.2). Ber. N 5.32. Gef. N 5.50.

1-Phthalimido-äthan-sulfonsäures-(2) Natrium: Aus Taurin unter Zusatz von wasserfreiem Natriumacetat. Weißes, krystallinisches Pulver. Nach Auskochen mit Eisessig zersetzt sich dieses bei 330—340°. Sehr leicht löslich in Wasser mit neutraler Reaktion.

$C_{10}H_8O_8SNNa$ (277.2). Ber. N 5.05. Gef. N 5.20.

N-Methylanilino-phthalimid, $\beta\beta$ -Phthalyl- α -methyl-phenylhydrazin: Aus *asymm.* Methyl-phenyl-hydrazin. Gelbe Nadeln (aus Eisessig). Schmp. 123°.

$C_{15}H_{12}O_2N_2$ (252.3). Ber. N 11.11. Gef. N 11.23.

N-Diphenylamino-phthalimid, $\beta\beta$ -Phthalyl- $\alpha\alpha$ -diphenyl-hydrazin: Aus *asymm.* Diphenylhydrazin. Gelbe Krystalle (aus Eisessig). Schmp. 155°.

$C_{20}H_{14}O_2N_2$ (314.3). Ber. N 8.91. Gef. N 8.85.

Phthalimid: Aus Harnstoff. Nadeln (aus verd. Essigsäure). Schmp. 232°.

$C_8H_6O_2N$ (147.1). Ber. N 9.52. Gef. N 9.70.

N-Methyl-phthalimid: Aus Benzalmethylamin. Nach Beendigung der Reaktion wird wie gewöhnlich in heißes Wasser gegossen. Es scheidet sich ein gelbliches Öl aus, und die Flüssigkeit riecht nach Benzaldehyd. Nach dem Erkalten erstarrt das Öl krystallinisch, und auch aus der Flüssigkeit scheiden sich Nadeln aus. Nach 2-maligem Umkrystallisieren aus verd. Essigsäure unter Zugabe von Kohle erhält man weiße Nadeln ohne Benzaldehydgeruch. Schmp. 134°.

$C_9H_7O_2N$ (161.2). Ber. N 8.69. Gef. N 8.71.

N-Äthyl-phthalimid: Aus Benzaläthylamin analog dem vorangehenden Präparat. Der abgesaugte Niederschlag wird mit Wasserdampf destilliert. Es geht Benzaldehyd und am Ende auch etwas *N*-Äthyl-phthalimid über. Die erste Fraktion wird mit Äther ausgeschüttelt, der Äther verjagt, der Rückstand mit Alkohol aufgenommen und mit Phenylhydrazin das Benzaldehydphenylhydrazon erhalten. Schmp. 152°.

Der Rückstand nach der Wasserdampfdestillation wird aus Essigsäure unter Zusatz von Kohle krystallisiert und so weiße, lange Nadeln des *N*-Äthyl-phthalimids erhalten. Schmp. 78°.

$C_{10}H_9O_2N$ (175.2). Ber. N 8.00. Gef. N 7.74.

Phthalimid: Aus Hydrobenzamid. Nach Verdünnung mit Wasser scheidet sich ein Öl aus, das in der Kälte z. Tl. krystallinisch erstarrt. Durch Abpressen wird der flüssige Teil beseitigt. Dieser erwies sich als Benzaldehyd (Phenylhydrazon). Der Rückstand wurde aus verd. Essigsäure unter Zusatz von Kohle krystallisiert. Weiße Nadeln. Schmp. und Mischschmelzpunkt mit reinem Phthalimid 232°.

$C_8H_6O_2N$ (147.1). Ber. N 9.52. Gef. N 9.85.

Phthalanil aus Acetanilid: 1.35 g Acetanilid (1 Mol.), 2.22 g Phthalsäureanhydrid (1.5 Mol.) und 18 ccm Eisessig (30 Mol.) werden unter Rückfluß gekocht und dann wie gewöhnlich verarbeitet. Nach 6-stdg. Kochen haben sich 5.6%, nach 12 Stdn. 13.2% Phthalanil (durch Schmelzpunkt und Mischschmelzpunkt charakterisiert) gebildet. Nimmt man nur die Hälfte Eisessig (15 Mol.), so sind nach 18 Stdn. 57% Phthalanil entstanden.