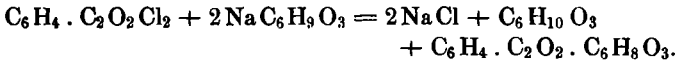


128. Emil Fischer und Hermann Koch: Ueber Phtalylacetessigäther.

[Aus dem chemischen Laboratorium der Universität Erlangen.]

(Eingegangen am 16. März.)

Während Phtalsäureanhydrid und Acetessigäther nach S. Gabriel¹⁾ erst bei 130° auf einander wirken und dabei sehr complicirte Produkte liefern, findet zwischen Phtalylchlorid und Natracetessigäther schon bei gewöhnlicher Temperatur eine lebhafte Reaction statt, welche wesentlich im Sinne folgender einfachen Gleichung verläuft.



Den letzten Körper nennen wir Phtalylacetessigäther. Um denselben zu gewinnen, suspendirt man Natracetessigäther in der sechs- bis siebenfachen Menge trockenem Aether und fügt langsam die nach der vorigen Gleichung berechnete Menge Phtalylchlorid zu. Die Flüssigkeit erwärmt sich dabei bis zum Sieden und die Natriumverbindung verwandelt sich in eine gelbe, stellenweise rothgefärbte Masse.

Zur Vollendung der Reaction wird die Mischung einige Zeit am Rückflusskühler gekocht und nach dem Erkalten filtrirt. Die Mutterlauge enthält den regenerirten Acetessigäther und kleine Mengen der Phtalylverbindung, welche beim Verdampfen des Aethers auskrystallisirt.

Der in Aether unlösliche Rückstand enthält das Chlornatrium und die Hauptmenge des Phtalylacetessigäthers. Letzterer bleibt beim Waschen mit Wasser zurück und kann durch Umkrystallisiren aus heissem Alkohol leicht gereinigt werden. Die roth gefärbte, wässrige Mutterlauge scheidet beim Kochen einen dunkelgrünen, krystallinischen Körper in geringer Menge ab, der sich in Alkalien ähnlich dem Phenolphthalein mit prächtig rother Farbe löst.

Der Phtalylacetessigäther bildet im reinen Zustande farblose Prismen vom Schmelzpunkt 124° und der Zusammensetzung $\text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{C}_2\text{O}_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_3$.

	Berechnet	Gefunden
C	64.34	64.6 pCt.
H	4.7	4.6 »

Beim längeren Kochen mit verdünnter Schwefelsäure wird er vollständig unter Rückbildung von Phtalsäure verseift. In concentrirter Schwefelsäure löst er sich schon in der Kälte sehr leicht und auf Zusatz von Wasser fällt ein neuer Körper als harzige Masse aus, welche nach einiger Zeit krystallinisch erstarrt und in Aether leicht

¹⁾ Diese Berichte XIV, 926.

löslich ist. Aehnlich wirken die Alkalien. In alkoholischer Kalilauge löst sich der Phtalylacetessigäther leicht auf und nach einiger Zeit scheidet sich aus der Flüssigkeit eine prächtig krystallisirte Kali-Verbindung ab, welche in Wasser sehr leicht löslich ist und ein Salz des durch concentrirte Schwefelsäure entstehenden Körpers zu sein scheint.

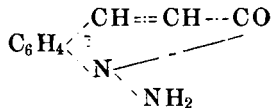
In der gleichen Weise wie Phtalylchlorid reagirt das Succinylchlorid mit dem Natracetessigäther. Die Hälfte des letzteren wird in Acetessigäther zurückverwandelt; das zweite Hauptprodukt bildet ein gelb gefärbtes Oel, welches beim Kochen mit verdünnter Schwefelsäure Bernsteinsäure regenerirt und wahrscheinlich der Succinylacetessigäther ist. Voraussichtlich wird der Natriummalonsäureäther mit den beiden Chloriden unter den angegebenen Bedingungen ganz analoge Produkte liefern.

129. Emil Fischer und Hans Kuzel: Ueber Chinazol-Verbindungen.

[Aus dem chem. Laborat. der Universität Erlangen.]

(Eingegangen am 16. März.)

Die Orthohydrazinzimmtsäure geht leicht in das dem Carbostyryl entsprechende Anhydrid



über; um zu entscheiden, ob eine Ringschliessung auch zwischen dem Carbonyl und dem zweiten Stickstoffatom der Hydrazingruppe möglich sei, hat der eine von uns¹⁾ die Absicht ausgesprochen, die äthylirte Hydrazinzimmtsäure zu untersuchen. Man durfte hoffen diese Substanz durch Reduktion der Nitroso-Aethyl-Amidozimmtsäure zu gewinnen.

Wir haben diesen Versuch ausgeführt und sind dabei zu folgenden überraschenden Resultaten gelangt. Bei der Reduktion mit Zinkstaub und Essigsäure liefert das Nitrosamin kein Hydrazin, sondern geht unter Verlust von einem Atom Sauerstoff über in eine Carbonsäure von der Formel $\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{N}_2-\text{COOH}$. Die letztere zerfällt in der Hitze glatt in Kohlensäure und eine Base von der Formel $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2$.

¹⁾ Diese Berichte XIV, 478.