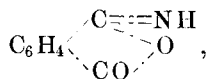


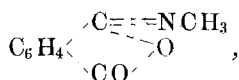
## 293. C. Graebe und Amé Pictet: Ueber Methylphtalimid.

(Eingegangen am 13. Mai.)

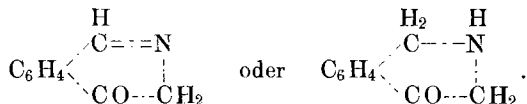
Geht man von der Ansicht aus, dass dem Phtalimid, welches ja sowohl aus Phtalsäureanhydrid, wie aus Phtalylchlorid entsteht, die durch folgende Formel veranschaulichte Constitution zukomme:



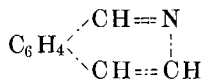
so erschien es möglich, aus dem Methylphtalimid,



durch Reduktion eine Säure und aus dieser durch Elimination von Wasser eine Verbindung zu erhalten, die einer der beiden folgenden Formeln entspricht:

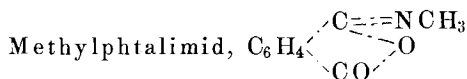


Wir haben nun in der That in dieser Weise einen basischen Körper erhalten, der nach Analyse des Goldsalzes, der zweiten Formel entsprechend, zusammengesetzt ist. Vielleicht muss dieselbe aber verdoppelt werden. Wir beabsichtigen diesen Körper in eine sauerstofffreie Base zu verwandeln und hoffen so zu einem chinolinähnlichen Körper,



zu kommen.

Da wir zu diesen Versuchen grössere Menge Material darstellen müssen und unsere Arbeit eine Unterbrechung erfahren hat, so theilen wir vorläufig die erhaltenen Resultate mit.



Das Methylphtalimid ist bisher nicht dargestellt worden. Es wird sich jedenfalls entsprechend der Bildung von Aethylphtalimid aus Methylamin und Phtalsäureanhydrid erhalten lassen. Wir haben aber vorgezogen, es aus Phtalimid und Jodmethyl darzustellen. Lands-

berg<sup>1)</sup> hatte schon versucht, Aethyl in Phtalimid durch Behandeln des Silbersalzes mit Jodäthyl einzuführen, ohne jedoch Aethylphtalimid zu erhalten. Wir fanden bei unseren Versuchen, dass Jod-

methyl und Jodäthyl auf Phtalimidkalium,  $C_6H_4 \begin{array}{l} \diagup C \equiv N K \\ \diagdown CO \end{array} O$ , bei 100°

noch nicht einwirken, dass aber bei 150° das Kalium durch Methyl resp. Aethyl ersetzt wird. Das so erhaltene Aethylphtalimid stimmt mit dem von Michael dargestellten überein.

Das Methylphtalimid schmilzt bei 132°, siedet wie Aethylphtalimid ungefähr bei derselben Temperatur wie Phtalsäureanhydrid. Es löst sich kaum in kaltem, ziemlich in heissem Wasser und leicht in Alkohol. Es krystallisirt in langen, seidglänzenden farblosen Nadeln und sublimirt leicht in Blättchen.

	Berechnet	Gefunden
C	66.95	66.86 pCt.
H	4.35	4.57 »

Das Methylphtalimid wurde längere Zeit mit Zinn und Salzsäure erwärmt; es ging dabei in Lösung und es schied sich beim Erkalten ein Zinndoppelsalz aus. Dasselbe wurde mit Schwefelwasserstoff behandelt. In Lösung blieb ein sehr lösliches Salz einer gleichfalls in Wasser und Alkohol sehr leicht löslichen Base. Mit Platinchlorid konnte keine gut krystallisirende Verbindung erhalten werden, dagegen gab Goldchlorid ein prachtvoll krystallisirendes Salz. Dasselbe ist schwer in kaltem Wasser löslich, heisses Wasser löst es ziemlich reichlich. Unter siedendem Wasser schmilzt es zu einem Oel; in trockenem Zustand jedoch erst bei 195—196°. Doch zersetzt es sich hierbei allmählich.

Die Analysen gaben Zahlen, die folgender Formel:



entsprechen.

	Berechnet	Gefunden			pCt.
		I.	II.	III.	
C	34.10	33.61	34.24	—	»
H	3.00	3.44	3.20	—	»
N	4.42	4.50	—	—	»
Cl	22.39	22.73	22.90	—	»
Au	31.04	30.90	30.81	30.85	»

Die freie Base schmilzt bei 120° und siedet etwa bei 300°; sie ist in Alkohol, Aether, Chloroform und Wasser leicht löslich. Aus Aether krystallisirt sie in grossen Tafeln. Das salzsaure Salz schied sich durch Einleiten von Chlorwasserstoff in die ätherische Lösung der

<sup>1)</sup> Liebig's Annalen 215, 194.

Base in Säulen aus. Im Exsiccator über Kalihydrat verlor es nach und nach vollständig die Salzsäure. Es ist in Wasser und Alkohol sehr löslich, dagegen in Aether und Chloroform unlöslich.

Um festzustellen, ob der freien Base die Formel  $C_9H_9ON$  oder  $C_{18}H_{18}O_2N_2$  zukomme, hatten wir versucht, die Dampfdichte bei  $440^\circ$  zu bestimmen, doch trat theilweise Zersetzung ein. Der Siedpunkt spricht aber gegen die verdoppelte Formel.

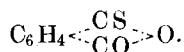
Wir sind damit beschäftigt, Aethylphtalimid und Phtalimid in derselben Weise zu reduciren.

Genf, Universitätslaboratorium.

#### 294. C. Graebe und B. Zschokke: Ueber Thiophtalsäureanhydrid.

(Eingegangen am 13. Mai.)

Schreder<sup>1)</sup> hat durch Einwirkung von Kaliumsulfhydrat auf Phtalsäurephenyläther ein geschwefeltes Phtalsäureanhydrid,  $C_8H_4SO_2$ , erhalten. Da nun obiger Aether aus Phtalylchlorid gewonnen wird, so ist es nach unseren augenblicklichen Kenntnissen am wahrscheinlichsten, dass die Constitution des Thiophtalsäureanhydrids folgender Formel entspricht:



Von dieser Voraussetzung ausgehend, haben wir diese Verbindung von Neuem untersucht. Zur Darstellung derselben ist es unnöthig, den Phtalsäurephenyläther anzuwenden; man kann Natriumsulfhydrat direct auf Phtalylchlorid einwirken lassen. Letzteres wurde zu einer concentrirten wässerigen Lösung von Natriumsulfhydrat zugetropft. Die Reaction ist sehr heftig; es ist daher zweckmässig, sie durch Abkühlen zu mässigen. Es wurde etwas mehr Natriumsulfhydrat angewendet als der Berechnung entspricht.

Die Bedingungen, unter denen die beste Ausbeute erhalten wird, wollen wir noch genauer feststellen, da sich neben obigem Anhydrid noch andere schwefelhaltige Verbindungen bilden. Während dem Zutropfen entweicht Schwefelwasserstoff und scheidet sich ein Theil des gebildeten Körpers aus. Nachdem alles Phtalylchlorid hinzugegeben war, wurde die Lösung mit Salzsäure übersättigt und nach dem Er-

<sup>1)</sup> Diese Berichte VII, 705.