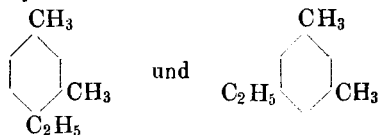


Das Sulfamid hat die oben beschriebenen Eigenschaften. Es ist in kaltem Alkohol leicht löslich. Schmp. 126°.

B. Der andere Theil des Sulfamids war in grossen Prismen krystallisirt, die anfangs den Schmp. 122—123° zeigten. Es zeigte sich jedoch bald, dass noch Theile des anderen Sulfamids der Substanz anhafteten, die nur durch sehr oft wiederholte Umkrystallisation aus heissem Alkohol entfernt werden konnten. Das nunmehr einheitliche Sulfamid schmolz bei 148°, zeigte mithin denselben Schmelzpunkt, wie das Sulfamid des Aethylmetaxylois  $\text{CH}_3 : \text{CH}_3 : \text{C}_2\text{H}_5 = 1 : 3 : 4$ . Eine genauere Untersuchung des aus dem Sulfamid abgesprengten Kohlenwasserstoffs und seines Oxydationsproductes, der Xylylsäure,  $\text{C}_6\text{H}_3 \cdot \overset{1}{\text{CH}_3} \cdot \overset{3}{\text{CH}_3} \cdot \overset{4}{\text{COOH}}$  (Schmp. 125°), ergab in der That die vollständige Identität beider Körper.

Es entstehen demnach bei der Friedel-Crafts'schen Synthese die beiden Aethylxylole:



Rostock. Universitäts-Laboratorium.

#### 147. Albert Neumann: Ueber einige substituirte Phtalimide und deren Ueberführung in die entsprechenden primären Amine.

[Aus dem I. Berl. Univ.-Laborat. No. DCCLXXXVII.]

(Eingegangen am 31. März.)

Im Anschluss an frühere Arbeiten<sup>1)</sup> über die Einwirkung von Phtalimidkalium auf Halogenverbindungen theile ich folgende Untersuchungen mit, welche ich auf Anregung des Hrn. Prof. Dr. S. Gabriel angestellt habe.

##### I. Phtalimidkalium und Desylbromid.

Desylphtalimid,  $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{CO} \cdot \text{CH} \cdot (\text{N} : \text{C}_8\text{H}_4\text{O}_2) \cdot \text{C}_6\text{H}_5$ .

Das als Ausgangsmaterial dienende Desylbromid  $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{CO} \cdot \text{CHBr} \cdot \text{C}_6\text{H}_5$  wird aus Brom und Desoxybenzoïn bereitet<sup>2)</sup>. Letz-

<sup>1)</sup> Diese Berichte XX, 2224, 2869; XXI, 556, 576, 2669, 2684, 2700; XXII, 3259, 3335; XXIII, 337.

<sup>2)</sup> Diese Berichte XXI, 1355. Ann. Chem. Pharm. 155, 68.

teres stellt man am zweckmässigsten nach der von Victor Meyer und L. Oelkers verbesserten Zinin'schen Methode dar<sup>1)</sup>.

20 g Desylbromid und 14 g Phtalimidkalium, beides gut getrocknet, werden mit einander innig verrieben und auf 100° erhitzt. Es entsteht zuerst ein orangefarbener Brei, welcher nach etwa einstündigem Erhitzen steinhart wird. — Ist das angewendete Bromid nicht ganz rein, so wird die Masse überhaupt nicht fest, sondern verharzt zum grössten Theil und nimmt eine tiefrothe Färbung an. — Das Reactionsproduct wird durch Auskochen mit heissem Wasser und Verreiben mit verdünnter Natronlauge vom Phtalimid und Bromkalium befreit und alsdann aus kochendem Eisessig umkrystallisirt. Man erhält auf diese Weise kleine, schwach gelbe, in Alkohol nahezu unlösliche Krystalle vom Schmelzpunkt 157—158°.

Die Analyse ergab die für Desylphtalimid berechneten Zahlen:

	Berechnet	Gefunden		
	für C <sub>22</sub> H <sub>15</sub> NO <sub>3</sub>	I.	II.	III.
C	77.41	77.27	77.21	— pCt.
H	4.40	4.79	4.42	— »
N	4.11	—	—	4.61 »

Desylphtalaminsäure, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>.CO.CH(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>).NH.C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>.CO<sub>2</sub>H.

Gleiche Moleküle von Desylphtalimid und Natriumhydrat in Wasser werden auf dem Wasserbade bis zur Lösung erwärmt. Nach starkem Verdünnen mit Wasser fällt man durch Zusatz von Salzsäure unter fortwährendem Umrühren die Desylphtalaminsäure als krystallinischen Niederschlag aus. Aus concentrirten Lösungen dagegen erhält man harzige, zusammenklebende Massen. Die Säure schmilzt bei 168° unter Aufschäumen; aus Alkohol umkrystallisirt zeigt sie keinen constanten Schmelzpunkt. Sie wurde daher durch Auflösen in Ammoniak, Niederschlagen mit verdünnter Salzsäure und sorgfältiges Auswaschen mit Wasser gereinigt und über Schwefelsäure im Vacuum getrocknet.

Die Analyse lieferte folgendes Resultat:

	Berechnet	Gefunden	
	für C <sub>22</sub> H <sub>17</sub> NO <sub>4</sub>	I.	II.
C	73.53	72.93	— pCt.
H	4.74	5.08	— »
N	3.90	—	— »

Das Silbersalz der Säure wird erhalten, indem man einen Ueberschuss von Säure mit Ammoniak zusammenreibt, von der ungelösten Säure abfiltrirt und die Lösung mit Silbernitrat versetzt.

<sup>1)</sup> Diese Berichte XXI, 1266.

Das Salz fällt als schwammige Masse aus, welche nach einiger Zeit krystallinisch wird. Es wurde im dunklen Vacuum über Schwefelsäure getrocknet, hatte aber trotzdem an der Oberfläche eine rothbraune Färbung angenommen. Die Silberbestimmung ergab:

Ber. für $C_{22}H_{16}NO_4 Ag$	Gefunden
Ag 23.17	22.96 pCt.

Spaltung der Desylphtalaminsäure mittelst Salzsäure.

Man kocht Desylphtalaminsäure mit der vierfachen Menge concentrirter Salzsäure eine Stunde lang am Rückflusskühler, wobei die Substanz allmählich in Lösung geht. Beim Erkalten scheidet sich die Phtalsäure sammt dem in Salzsäure unlöslichen Chlorhydrat der neuen Basis aus. Man verdünnt deshalb mit Wasser, lässt völlig erkalten und filtrirt. Das eingedampfte Filtrat wird mit wenig Wasser aufgenommen, von eventuell noch abgeschiedener Phtalsäure abfiltrirt und zu der concentrirten Lösung etwa die dreifache Menge rauchender Salzsäure hinzugegeben, wonach sich ein Brei von Desylaminchlorhydrat in weissen Krystallnadeln vom Schmelzpunkt  $210^{\circ}$  abscheidet. Dieselben wurden nun zur Analyse im Vacuum getrocknet; es zeigte sich jedoch, dass sie nach dem Trocknen nicht mehr völlig wasserlöslich waren. Der in Wasser unlösliche Theil wurde deshalb abfiltrirt und die Lösung wie vorher behandelt. Aber wiederum war das Salz nach dem Trocknen nicht mehr völlig in Wasser löslich. Wahrscheinlich tritt während des Trocknens eine geringe Zersetzung ein, was auch durch die Analysen bestätigt wurde, da dieselben trotz mehrfacher Wiederholung keine übereinstimmenden Zahlen ergaben:

Ber. für $C_{14}H_{14}NOCl$		Gefunden			
		I.	II.	III.	IV.
C 67.87		65.75	66.74	65.98	— pCt.
H 5.66		5.59	5.55	5.52	— »
N 5.66		—	—	—	4.94 »

Auch die freie Basis,  $C_6H_5 \cdot CH(NH_2) \cdot CO \cdot C_6H_5$ , ist eine leicht zersetzliche Substanz; versetzt man nämlich die Lösung des Salzes mit Ammoniak, so erstarrt sie zu einem weissen Krystallbrei. Derselbe wurde nach dem Auswaschen in's Vacuum gebracht; dabei färbte er sich aber schon nach kurzer Zeit oberflächlich braun und erwies sich sodann nicht mehr völlig in Salzsäure löslich, es hinterblieb vielmehr ein gelbes Pulver<sup>1)</sup>.

<sup>1)</sup> Kocht man die frisch gefällte Base mit Wasser, so verwandelt sie sich zum Theil in ein zähes, rothes Harz, zum Theil geht sie in Lösung. Letztere erstarrt beim Erkalten zu einem Brei haarfeiner Nadeln. Diese Krystalle lösen sich in siedendem Wasser nicht mehr völlig auf, lassen vielmehr ein gelbes Pulver zurück; als man sie mit kalter verdünnter Salzsäure über-

Beständig dagegen erwiesen sich das Platindoppelsalz und das Pikrat, deren Analysen erkennen lassen, dass die hier zu Grunde liegende Basis in der That die Zusammensetzung des Desylamins besitzt.

Das Desylaminchloroplatinat entsteht, wenn man die filtrirte und concentrirte Lösung des Chlorhydrats mit Platinchlorid und etwas Salzsäure versetzt. Es bilden sich gelbbraune Krystalle, welche bei 192—193° unter Aufschäumen zu einer rothen Flüssigkeit schmelzen.

Die Analyse ergab folgende Zahlen:

Ber. für $C_{28}H_{28}N_2O_2PtCl_6$	Gefunden			pCt.
	I.	II.	III.	
C	40.42	40.34	—	—
H	3.37	3.58	—	—
N	3.37	—	3.38	—
Pt	23.35	—	—	23.68

Das Pikrat,  $C_{14}H_{13}NO$ ,  $C_6H_3N_3O_7$ , fällt, wenn man die filtrirte Lösung des Chlorhydrats mit Pikrinsäurelösung versetzt, in gelben, schwer löslichen Krystallen aus. Die Stickstoffbestimmung ergab:

Ber. für $C_{20}H_{16}N_4O_8$	Gefunden
N	12.73
	13.1 pCt.

Ericb Braun<sup>1)</sup> hat kürzlich durch Reduction des Benzilmonoxims mit Zinnchlorür und Salzsäure eine Base erhalten, deren Analysen keine sichere Entscheidung gestatteten, ob  $C_6H_5 \cdot CHOH \cdot CH(NH_2) \cdot C_6H_5$  oder  $C_6H_5 \cdot CO \cdot CH(NH_2) \cdot C_6H_5$  vorlag. Vergleicht man nun die über diesen Körper gemachten Angaben — die leichte Zersetzlichkeit der freien Basis, den Schmelzpunkt des Chlorhydrats bei 207 bis 209° und die Schwerlöslichkeit dieses Salzes in Salzsäure — mit obigen Resultaten, so scheint der Schluss berechtigt, dass beide Körper identisch sind und dass also die von Braun erhaltene Basis ebenfalls Desylamin,  $C_6H_5 \cdot CO \cdot CHNH_2 \cdot C_6H_5$ , ist, was der genannte Forscher bereits selber als sehr wahrscheinlich hingestellt hat.

goss, die Lösung abfiltrirte, das Filtrat auf dem Wasserbade eindampfte, die dabei verbliebene weisse Salzmasse mit kaltem Wasser aufnahm, und die filtrirte Lösung mit concentrirter Salzsäure versetzte, schieden sich farblose, mikroskopische Nadelchen ab, welche nach dem Trocknen nahezu die richtigen Werthe für Desylaminchlorhydrat ergaben:

Ber. für $C_{14}H_{13}NO \cdot HCl$	Gefunden
C	67.87
H	5.66
Cl	14.34
	67.75 pCt.
	5.90 »
	14.41 »

Gabriel.

<sup>1)</sup> Diese Berichte XXII. 556.

## II. Phtalimidkalium und Isoamylbromid.

Isoamylphtalimid,  $(\text{CH}_3)_2\text{CH}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\text{N}:\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_2$ .

15 g käufliches Isoamylbromid werden mit 18 g Phtalimidkalium im Einschussrohr — am zweckmässigsten mit einem Mischdraht — innig mit einander gemengt und 2—3 Stunden auf etwa  $200^\circ$  erhitzt. Das Reactionsproduct, ein brauner Brei, wird mit siedendem Wasser aus dem Rohr gespült und einige Zeit gekocht, wobei ein braunes Oel an die Oberfläche steigt.

Nach dem Erkalten setzt man Schwefelkohlenstoff hinzu und mischt das Ganze ordentlich durch einander. Dabei wird das Oel vom Schwefelkohlenstoff gelöst, während das als Nebenproduct auftretende Phtalimid zurückbleibt. Man filtrirt von letzterem ab und scheidet im Filtrat die Schwefelkohlenstofflösung von der wässerigen Schicht. Letztere hinterlässt beim Verdunsten ein Oel, welches bei  $307\text{—}308^\circ$  als wasserhelle Flüssigkeit destillirt. In eine Kältemischung gestellt, erstarrt es krystallinisch. 15 g Bromid gaben auf diese Weise 13 g Isoamylphtalimid (60 pCt. Ausbeute).

Die Analyse lieferte folgende Resultate:

Berechnet für $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2$		Gefunden	
		I.	II.
C	71.88	72.09	— pCt.
H	6.92	7.08	— »
N	6.46	—	6.90 »

Isoamylphtalaminsäure,  $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{NHCOC}_6\text{H}_4\text{CO}_2\text{H}$ .

Gleiche Moleküle Isoamylphtalimid und wässriges Natriumhydrat werden in einem Kolben bis zur völligen Lösung erhitzt und dann mit sehr verdünnter Salzsäure versetzt, wodurch die neue Säure als weisser, schön krystallisirter Niederschlag ausfällt. Schmelzpunkt  $114$  bis  $115^\circ$ .

Das Silbersalz, in analoger Weise wie das desylphtalaminsäure Silber dargestellt, ergab folgende Zahl:

Berechnet für $\text{C}_{13}\text{H}_{16}\text{NO}_3\text{Ag}$		Gefunden
Ag	31.58	31.18 pCt.

Um Isoamylamin,  $\text{C}_5\text{H}_4\text{NH}_2$ , zu erhalten, löst man das Isoamylphtalimid in Natronlauge auf, übersättigt stark mit Salzsäure und dampft das Ganze etwa auf die Hälfte ein. Dabei spaltet sich die entstandene Isoamylphtalaminsäure in Isoamylamin und Phtalsäure. Die Flüssigkeit wird alkalisch gemacht und mit Dampf abgeblasen; die Destillate liefern nach dem Neutralisiren mit Salzsäure und Eindampfen salzsaures *i*-Amylamin, welches durch das Platinsalz identificirt wurde:

Ber. für $\text{C}_{10}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{PtCl}_6$		Gefunden
Pt	33.28	33.22 pCt.

## III. Phtalimidkalium und Isobutylbromid.

Isobutylphtalimid,  $(\text{CH}_3)_2\text{CH} \cdot \text{CH}_2\text{N} : \text{C}_8\text{H}_4\text{O}_2$ . 15 g Iso-butylbromid werden mit 20 g Phtalimidkalium im Einschlussrohr mittelst Mischdraht innig vermengt und 3—4 Stunden bei etwa  $210^\circ$  erhitzt. Das Reactionsproduct wird mit siedendem Wasser heraus-gespült und dann gekocht, wobei sich ein Oel abscheidet, das beim Erkalten erstarrt. Die Masse wird abgewaschen, bei  $100^\circ$  getrocknet und destillirt. Bei  $293\text{—}295^\circ$  geht eine wasserklare Flüssigkeit über, welche in der Kälte zu einem weissen, krystallinischen Kuchen gesteht. Um denselben von geringen Mengen beigemischten Phtalimids zu befreien, wird er mit Schwefelkohlenstoff gekocht und filtrirt. Beim Verdunsten der Lösung bleibt *i*-Butylphtalimid in grossen, wasserhellen Blättchen vom Schmelzpunkt  $93^\circ$  zurück.

Ber. für $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{NO}_2$		Gefunden	
		I.	II.
C	70.94	70.69	— pCt.
H	6.41	6.77	— »
N	6.90	—	6.95 »

Die Isobutylphtalaminsäure entsteht in analoger Weise wie die Isoamylphtalaminsäure, ist jedoch viel löslicher und daher nur schwer von dem entstandenen Chlornatrium zu trennen. Sie lässt sich in derselben Weise, wie beim Amylamin angegeben worden ist, in *i*-Butylamin zerlegen. Das Platinsalz der Base ergab:

Ber. für $\text{C}_8\text{H}_{24}\text{N}_2\text{PtCl}_6$		Gefunden
Pt	35.01	35.38 pCt.

## IV. Phtalimidkalium und Allylbromid.

Allylphtalimid,  $\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_2 : \text{N} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH} : \text{CH}_2$ . 25 g Allyl-bromid werden mit 38 g Phtalimidkalium im Einschlussrohr innig mit einander vermengt und etwa 2—3 Stunden bei  $150^\circ$  erhitzt. Das Reactionsproduct ist in der Kälte eine steinharte Masse. Die weitere Behandlung geschieht in derselben Weise, wie es beim Isobutylphtalimid vorher beschrieben ist. Das so erhaltene Allylphtalimid krystallisirt in glänzenden, weissen Krystallen, destillirt bei  $295^\circ$  und wurde durch seinen Schmelzpunkt, welcher bei  $70^\circ$  liegt, mit dem von Wallach und Kamenski<sup>1)</sup> dargestellten Imid identificirt. Die Ausbeute beträgt ca. 50 Procent der Theorie.

Um aus dem Allylphtalimid das Allylamin zu erhalten, verfährt man ebenso, wie bei der Ueberführung des Isoamylphtalimids in Isoamylamin.

Aus dem Allylphtalimid, als einer ungesättigten Verbindung, wurden folgende Additionsproducte gewonnen.

<sup>1)</sup> Diese Berichte XIV, 171.

1) Durch Chlor. Allylphtalimid wird in Chloroform gelöst und in die Lösung Chlorgas bis zur Sättigung eingeleitet. Nach dem Verjagen des Chloroforms auf dem Wasserbade bleibt ein Oel zurück, das beim Erkalten krystallinisch erstarrt. Die aus Alkohol umkrystallisirten weissen Nadeln vom Schmelzpunkt  $93^{\circ}$  sind der Analyse zufolge Dichlorpropylphtalimid,  $C_8H_4O_2 : N \cdot CH_2CHCl \cdot CH_2Cl$ .

	Ber. für $C_{11}H_9NO_2Cl_2$	Gefunden	
		I.	II.
C	51.17	51.34	— pCt.
H	3.49	3.83	— »
Cl	27.51	—	27.18 »

2) Durch Brom. 2 g Allylphtalimid werden in Chloroform oder auch in Alkohol gelöst und die Lösung tropfenweise mit 1.8 g Brom versetzt. Die farblose Lösung wird zur Krystallisation eingedampft, wobei man centimeterlange, prismatische Säulen vom Dibrompropylphtalimid,  $C_8H_4O_2 : N \cdot CH_2 \cdot CHBr \cdot CH_2Br$ , gewinnt.

Schmelzpunkt  $113-114^{\circ}$ .

	Ber. für $C_{11}H_9NO_2Br_2$	Gefunden	
		I.	II.
C	38.05	38.16	— pCt.
H	2.59	3.08	— »
Br	46.12	—	46.08 »

3. Durch Salpetrigsäure. In eine Lösung von 5 g Allylphtalimid in 20 ccm Benzol wird salpetrige Säure geleitet, wie sie sich beim Erhitzen von Arsenigsäure und roher Salpetersäure entwickelt. Während der Operation hat man für genügende Abkühlung Sorge zu tragen, da die Reaction sich sonst bis zum Sieden des Benzols steigern würde. In kurzer Zeit färbt sich die Flüssigkeit blaugrün und ein dicker Krystallbrei fällt zu Boden. Nach einer halben Stunde unterbricht man die Gasentwicklung und lässt das Benzol zur Hälfte verdunsten. Sodann filtrirt man die ausgeschiedenen Krystallmassen ab, wäscht mit Alkohol nach und trocknet dieselben im Vacuum. Die intensiv blau gefärbte Substanz verliert beim Trocknen die Farbe und wird gelblich weiss, ist aber so unbeständig, dass sie durch Umkrystallisiren nicht gereinigt werden kann. Als man sie nämlich aus heissen Lösungsmitteln umkrystallisiren wollte, zerfiel sie unter Abspaltung nitröser Gase. Auch beim Schmelzen zerfällt die Substanz: sie sintert bei ca.  $130^{\circ}$  und beginnt bei  $135^{\circ}$  unter Aufschäumen und Entwicklung von braunen Dämpfen zu einer trüben Flüssigkeit zu schmelzen, welche erst bei etwa  $145^{\circ}$  völlig klar wird.

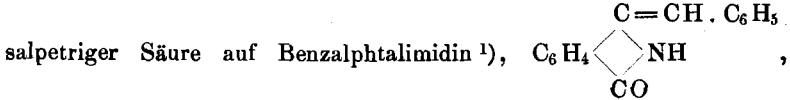
Die Analyse des vacuumtrockenen Productes führte denn auch zu keiner Formel, welche in einfacher Beziehung stand zu derjenigen des Ausgangsmaterials, sondern ergab Zahlen, welche in der Mitte liegen zwischen den Werthen, die sich für Additionsproducte von 1 Molekül Allylphtalimid mit 2  $NO_2$  resp. mit 1  $HNO_3$  berechnen:

	Gefunden		Ber. für C <sub>11</sub> H <sub>9</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> + HNO <sub>3</sub>	
	I.	II.	+ N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	+ HNO <sub>3</sub>
C	50.17	49.50	47.31	52.8 pCt.
H	3.85	4.08	3.22	4.0 »
N	13.50	13.53	15.05	11.2 »

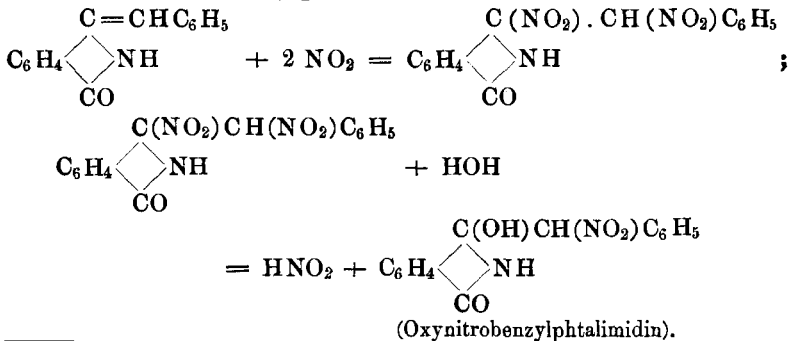
Dagegen ist die Verbindung, welche nach der Zersetzung der Substanz mittelst verdünnten Eisessigs auskrystallisirt, beständig und einheitlich; sie besteht aus kleinen, weissen Krystallblättchen, welche bei 172—173° schmelzen und ergab folgende Analysenzahlen, welche zu der an zweiter Stelle angeführten Formel C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + HNO<sub>3</sub> = C<sub>11</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub> führen:

	Berechnet	Gefunden			
	für C <sub>11</sub> H <sub>10</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	I.	II.	III.	IV.
C	52.8	52.42	52.91	—	— pCt.
H	4.0	4.45	4.46	—	— »
N	11.2	—	—	11.18	11.24 »

Diese Formel C<sub>11</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub> unterscheidet sich also von der des Allylphthalimids um einen Mehrgehalt von HNO<sub>3</sub>. Man hat daher für den Körper die Constitution C<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>:N.CH<sub>2</sub>.C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>(OH)(NO<sub>2</sub>) oder C<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>:N.CH<sub>2</sub>.C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>(O.NO<sub>2</sub>) anzunehmen; es muss in<sup>d</sup>ess unentschieden bleiben, in welcher Weise die Anlagerung der Atome an das Imid stattgefunden hat. Versuche zur Entscheidung dieser Verhältnisse blieben resultatlos, da die Substanz beim Erhitzen mit Säuren oder Alkalien unter Abgabe von salpetriger Säure tiefer zerlegt wurde. — Die Bildung des eben genannten Additionsproductes erinnert an Beobachtungen ähnlicher Art, welche Gabriel bei der Einwirkung von



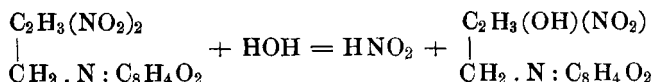
gemacht hat: er fand nämlich, dass unter Anderem eine Verbindung entstand, welche sich vom Ausgangsmaterial um einen Mehrgehalt der Elemente der Salpetersäure unterschied und anscheinend nach folgender Gleichung gebildet war:



<sup>1)</sup> Diese Berichte XVIII, 1261 und 2442.



Im Hinblick auf diese Beobachtungen könnte man schliessen, dass der bei Einwirkung von salpetriger Säure auf Allylphtalimid zuerst entstehende Körper Dinitropropylphtalimid darstellt, welches dann durch Spuren Wassers unter Entwicklung von salpetriger Säure in Oxynitropropylphtalimid übergehen könnte, gemäss der Gleichung:



#### V. Phtalimidkalium und Methylenjodid.

10 g (1 Molekül) Methylenjodid werden mit 13 g (2 Moleküle) Phtalimidkalium innig mit einander verrieben und in einem Kolben mit Steigrohr im Schwefelsäurebad auf 175—180° erhitzt. Alsbald erfüllen violette Dämpfe von Jod den Kolben, während die am Boden befindliche, anfangs weisse Substanz sich zu bräunen beginnt. Ist die Masse ganz braun und zu einem Syrup zerflossen, der in der Kälte erstarrt, so unterbricht man die Operation. Das Reactionsproduct wird zunächst mit Wasser gekocht, wobei die Schmelze zerbröckelt, sodann wird Wasserdampf durchgeleitet, um etwa überschüssiges Methylenjodid fortzutreiben. Darauf filtrirt man, wäscht mit verdünnter Natronlauge und dann mit heissem Wasser und krystallisirt die zurückbleibende Substanz aus kochendem Eisessig um, bis die hellbraunen Krystalle den Schmelzpunkt bei 226° haben. Der Analyse zufolge ist der Körper Methylendiphtalimid,  $\text{CH}_2 : (\text{N} : \text{C}_8\text{H}_4\text{O}_2)_2$ .

	Berechnet	Gefunden		Berechnet
	für $\text{C}_{17}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_4$	I.	II.	für Phtalimid
C	66.66	66.49	—	65.31 pCt.
H	3.28	3.82	—	3.40 »
N	9.15	—	9.32	9.52 »

Der Körper unterscheidet sich vom Phtalimid, dem er im Schmelzpunkt und in der Zusammensetzung sehr nahe kommt, durch seine Unlöslichkeit in verdünnten Alkalien.

Bei der Spaltung des Methylendiphtalimids mit Salzsäure wurden nur Phtalsäure, Salmiak und geringe Mengen eines Harzes beobachtet.