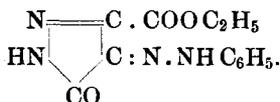


82. R. v. Rothenburg: Ueber das Pyrazolon.

I. Fortsetzung.

[Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Kiel.]

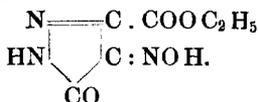
(Eingegangen am 23. Februar; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

(4)-Azobenzol-Pyrazolon-(3)-Carbonsäureäthylester¹⁾.

Aus dem Carbonsäureester in alkalischer Lösung mit der berechneten Menge eines Diazobenzolsalzes; saure Eigenschaften, in allen Lösungsmitteln schwer löslich, feuerrothe Blättchen vom Schmelzpunkt 241° (aus abs. Alkohol).

Analyse: Ber. Proc.: N 21.5; gef. Proc.: 21.7.

(4)-Isonitroso-Pyrazolon-(3)-Carbonsäureäthylester,



Durch Einleiten von gasförmiger salpetriger Säure in die alkoholische Lösung des Carbonsäureesters. Gelbe, körnige Krystalle vom Schmelzpunkt 182° (aus Eisessig oder Alkohol); Lösung tiefroth, in Ammoniak blauviolett löslich; stark sauer.

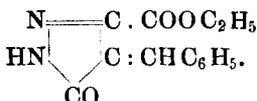
Analyse: Ber. Proc.: N 22.7; gef. Proc.: 22.7.

Silbersalz der Isonitrosoverbindung.

Aus der ammoniakalischen Lösung der Isonitrosoverbindung mit Silbernitrat nach dem Neutralisiren mit Essigsäure. Rothgelbes, körniges Pulver; verpufft beim Erhitzen.

Silberbestimmung: Ber. Proc.: Ag 37.0; gef. Proc.: Ag 36.6.

(4)-Benzal-Pyrazolon-(3)-Carbonsäureäthylester,

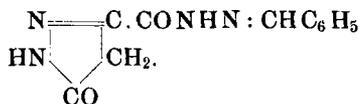


Aus dem Carbonsäureester und Benzaldehyd bei 120 — 130°. Rothgelbes, in allen Lösungsmitteln sehr schwer lösliches Pulver; Schmelzpunkt über 250°.

Analyse: Ber. Proc.: N 11.5; gef. Proc.: 11.6.

¹⁾ Den Pyrazolon-(3)-Carbonsäureester krystallisirt man am besten aus gleichen Volumen Eisessig, Alkohol und Wasser um; er bildet alsdann prächtige derbe Prismen von hellgelber Farbe.

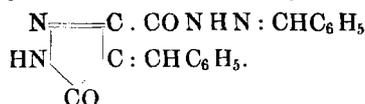
Pyrazolon-(3)-Carbonyl-Benzalhydrazin,



Beim Schütteln der wässrigen Lösung von Pyrazolon (3)-Carbonylhydrazin mit Benzaldehyd, schwer löslich; aus viel Wasser schneeweisse Flocken; Schmelzpunkt über 250°. Wird beim Kochen mit Säuren oder Alkalien in Benzaldehyd, Hydrazin und Pyrazolon-(3)-Carbonsäure gespalten.

Analyse: Ber. Proc.: N 24.3; gef. Proc.: 24.6.

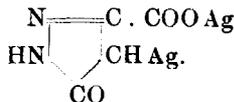
(4)-Benzal-Pyrazolon-(3)-Carbonylbenzalhydrazin,



Aus vorigem oder aus Pyrazolon-(3)-Carbonylhydrazin mit Benzaldehyd bei 120 — 130°. Gelbliches, sehr schwer lösliches Pulver, Schmelzpunkt über 250°.

Analyse: Ber. Proc.: N 17.6; gef. Proc.: 17.5.

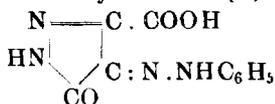
Pyrazolon-(3)-Carbonsaures Silber,



Fällt aus der ammoniakalischen Lösung der Carbonsäure mit Silbernitrat, nach dem Neutralisiren mit Essigsäure, als weisses, sehr lichtempfindliches Pulver.

Silberbestimmung: Ber. Proc.: Ag 63.2; gef. Proc.: 62.8.

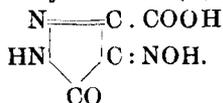
(4)-Azobenzol-Pyrazolon-(3)-Carbonsäure,



Aus der Carbonsäure in alkalischer Lösung mit der berechneten Menge eines Diazobenzolsalzes; sehr stark saure Eigenschaften. Rothcs, sehr fein körniges Pulver (aus Alkohol oder Eisessig). Schmelzpunkt über 250°.

Analyse: Ber. Proc.: N 24.1; gef. Proc.: 24.2.

(4) Isonitroso-Pyrazolon-(3)-Carbonsäure,



Zum Einleiten gasförmiger salpetriger Säure in die mit Alkohol ausgeschwemmte Carbonsäure. Goldgelbe Blättchen aus Alkohol von stark sauren Eigenschaften, bei 215—220° sich zersetzend.

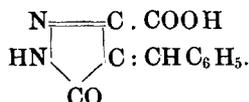
Analyse: Ber. Proc.: N 26.8; gef. Proc.: 27.0.

Silbersalz der Isonitrosocarbonsäure.

Mit Silbernitrat aus der ammoniakalischen Lösung der Carbonsäure und Neutralisiren mit Essigsäure als orangegelber, körniger Niederschlag, der erhitzt verpufft; zwei Atome Silber sind eingetreten.

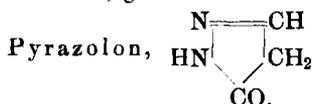
Silberbestimmung. Ber. Proc.: Ag 58.2; gef. Proc.: 57.9.

(4)-Benzal-Pyrazolon-(3)-Carbonsäure,



Aus der Carbonsäure mit Benzaldehyd bei 120—150° oder mittels concentrirter Salzsäure. Gelbes amorphes Pulver; aus Alkohol, in dem es sehr schwer löslich ist, in körnigen Massen vom Schmelzpunkt 243°.

Analyse: Ber. Proc.: N 13.0; gef. Proc.: 13.3.



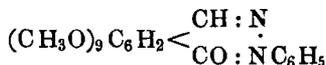
Der Siedepunkt hat sich bisher nicht bestätigt; eine genauere Untersuchung muss vorläufig wegen der Schwierigkeit, das Präparat in grösseren Mengen zu erhalten, noch aufgeschoben werden. Es wird darüber demnächst berichtet werden; ebenso über die Einwirkung von Hydrazinhydrat auf Oxaldiessigester (Ketipinsäureester).

83. R. v. Rothenburg: Ueber Benzo-(3)-Phenylpyridazon¹⁾.

[Mittheilung aus dem chem. Institut der Universität Kiel.]

(Eingegangen am 23. Februar; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

Opiansäure verbindet sich mit Phenylhydrazin unter Austritt von 2 Molekülen Wasser zu einem Condensationsproduct von der Constitutionsformel:



welcher bereits seit geraumer Zeit bekannt ist²⁾. Bei der Nitropiansäure tritt dagegen als Zwischenproduct das Säurehydrazon auf³⁾:

¹⁾ Nach dem Vorschlage von Hrn. Prof. Curtius nenne ich den dem Pyrazolon analogen, aber um eine CH₂-Gruppe reicheren Körper C₄H₆N₂O »Pyridazon«, um seine nahe Beziehung zum Pyrazolon anzudeuten.

²⁾ C. Liebermann, diese Berichte 19, 763.

³⁾ Ebenda.