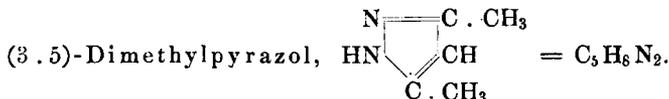


207. R. v. Rothenburg: (3.5)-Dimethylpyrazol.

(Eingegangen am 14. April.)

Da das Methylpyrazol im Gegensatz zum Pyrazol flüssig war und in den Arbeiten Marchetti's¹⁾ und Buchner's²⁾ sich einige Widersprüche finden, habe ich die Darstellung der Pyrazol-(3.5)-dicarbonsäure auf einem dritten Wege, aus Hydrazinhydrat und Aethylaceton, ausgeführt und die Angaben Buchner's durchaus bestätigt gefunden.



Acetylaceton reagirt energisch mit Hydrazinhydrat auch in alkoholischer Verdünnung; man erwärmt noch einige Zeit, worauf der Kolbeninhalt beim Erkalten erstarrt. Schmelzpunkt 105—108°, Siedepunkt etwa 220°.

Analyse: Ber. für $\text{C}_5\text{H}_8\text{N}_2$.

Procente: N 29.2.

Gef. » » 29.0.

Die Salze sind sämmtlich gut charakterisirt und krystallisiren leicht. Chloroplatinat, $2[\text{C}_5\text{H}_8\text{N}_2, \text{HCl}]\text{PtCl}_4, 2\text{aq}$, zersetzt sich bei etwa 180°.

Analyse: Ber. Procente: Pt 30.8.

Gef. » » 30.5.

Oxydirt man das Dimethylpyrazol mit der zur Verbrennung einer Methylgruppe nöthigen Menge Kaliumpermanganat am besten unter Zusatz von Alkali, so entsteht



Dieselbe ist in Wasser und Alkohol ziemlich schwer löslich und zersetzt sich bei 236—238° und geht höher erhitzt in Methylpyrazol über.

Analyse: Ber. für $\text{C}_5\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$.

Procente: N 22.1.

Gef. » » 22.6.

Das Calciumsalz krystallisirt wasserhaltig in langen Prismen, das Silbersalz ist wasserfrei.

Analyse: Ber. für $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}_2\text{O}_2\text{Ag}$.

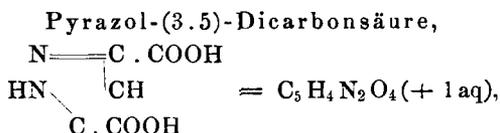
Procente: Ag 46.3.

Gef. » » 46.9.

¹⁾ G. Marchetti, diese Berichte 25, Ref. 173, 744.

²⁾ Ed. Buchner und A. Papendieck, Ann. d. Chem. 273, 246—251.

Unter Einwirkung der doppelten Menge Kaliumpermanganat geht das Dimethylpyrazol in



über, welche in Alkohol und Wasser ziemlich schwer löslich ist und sich jenseits 280° zersetzt. Das Krystallwasser entweicht langsam bei 110°, schneller bei 120—125°. Die Schmelzpunkt-Angabe Marchetti's (180°) ist wohl auf einen Irrthum zurückzuführen.

Analyse: Ber. für $\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_4$.

Procente: N 17.9.

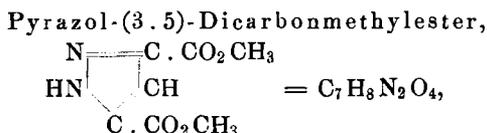
Gef. » » 18.3.

Analyse des Silbersalzes: Ber. für $\text{C}_5\text{H}_2\text{N}_2\text{O}_4\text{Ag}$.

Procente: Ag 58.4.

Gef. » » 57.9.

Mittels Methylalkohol und Salzsäure bei Wasserbadhitze ging die Säure in



kleine Blättchen (150—151°) über, den Buchner und Papendieck¹⁾ aus Diazoessigester und Dibrompropionester erhalten, deren Angaben durch vorstehende Untersuchung, widersprechenden von Marchetti gegenüber, volle Bestätigung fanden:

Analyse: Ber. für $\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_4$.

Procente: N 15.2.

Gef. » » 15.6.

208. R. v. Rothenburg: Pyrazolon aus β -Aldoximessigsäure.

(Eingegangen am 14. April.)

Wie ich im vorigen Jahre (diese Berichte 26, 2060) zeigte, verdrängt bei der Einwirkung von Hydrazinhydrat auf Isonitrosokörper die Hydrazogruppe ($\overset{\text{II}}{\text{N}}\text{NH}_2$) die Oximidogruppe ($\overset{\text{II}}{\text{N}}\text{OH}$), ohne dass die Abspaltung des Hydroxylamins selbst nachgewiesen wurde. Diesen Nachweis habe ich vor einiger Zeit erbracht und theile die bezüglichen Versuche hierdurch mit²⁾.

¹⁾ loc. cit.

²⁾ Vor Ueberführung der Cumalinsäure selbst in Pyrazolon ausgeführt.