

Anwesenheit mir früher aus dem Grunde entging, weil ich den Process anfangs nur im Halbdunkel ausgeführt habe, dürfte seine Entstehung einer a priori nicht unwahrscheinlichen Wechselwirkung zwischen unterchlorigsurem Natrium und Chlorstickstoff verdanken, bei der es neben der Bildung von Chlor zu einem gehäuften Auftreten von Salpetersäure kommen würde.

Privat-Laboratorium Seiffersdorf, Kr. Freystadt.

### 320. M. Rogow: Ueber Phtalsäure- und Bernsteinsäureeugenolester.

(Eingegangen am 28. Juni; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. O. Piloty.)

#### 1. Darstellung des Bernsteinsäureeugenolesters.

11 g Succinylchlorid und 22 g Eugenol wurden in einem Kolben auf einem siedenden Wasserbade während 4 Stunden erwärmt; das Product wurde dreimal aus nicht viel heissem Eisessigumkrystallisirt. Nach der ersten Krystallisation war der Körper fast rein und wog 25½ g. Der reine Ester schmilzt bei 89½—90°; er bildet Prismen, die nicht selten treppenförmig verwachsen sind. Zu organischen Lösungsmitteln verhält er sich folgendermaassen: leicht löslich in Aceton, Chloroform, Benzol, Aethylacetat und Schwefelkohlenstoff, schwieriger in Aether, leicht löslich beim Erhitzen in Eisessig, Alkohol und Ligroin, aus welchen Lösungsmitteln er beim Erkalten krystallinisch abgeschieden wird, sehr schwer löslich in Petroläther.

Analyse: Ber. für  $C_{24}H_{26}O_6$ .

Procente: C 70.24, H 6.34.

Gef. » » 70.00, » 6.21.

Einwirkung von Anilin. 5 g Bernsteinsäureeugenolester und 15 ccm Anilin wurden in einem Kolben mit Luftkühler während drei Stunden auf einem siedenden Wasserbad erwärmt. Das Product wurde abgekühlt, zur Entfernung des Anilins mit verdünnter Salzsäure behandelt und aus 60-grädigem Alkohol umkrystallisirt. Die erhaltenen Krystalle wogen 2.5 g und schmolzen bei 226—227°. Der Körper ist Succinilanilid. Gef.: N 10.44 pCt., ber.: N 10.45 pCt.

Einwirkung von Phenylhydrazin. 3 g Bernsteinsäureeugenolester löste ich unter Erwärmen in 25 ccm Eisessig, setzte zu der Lösung 2 ccm Phenylhydrazin zu und liess sie bei Zimmertemperatur stehen. Am nächsten Tag wurden die abgeschiedenen Krystalle abgeseogen und einmal aus Eisessig umkrystallisirt. Sie schmolzen unter

Zersetzung bei  $207^{\circ}$  und wogen 1.8 g. Der Körper ist Succinylphenylhydrazid. Gef.: N 18.87 pCt., ber.: N 18.79 pCt.

## 2. Darstellung des Phtalsäureeugenolesters.

10 g Phtalylchlorid und 16 g Eugenol wurden wie oben bei der Darstellung des Bernsteinsäureesters behandelt. Der erhaltene Ester<sup>1)</sup> krystallisiert in Nadeln, schmilzt bei  $98\frac{1}{2}$ – $99^{\circ}$  und verhält sich zu organischen Lösungsmitteln, wie der Bernsteinsäureester.

Einwirkung von Anilin. 3 g Phtalsäureeugenolester und 12 ccm Anilin wurden in einem Kolben mit Luftkühler während 50 Stunden auf einem siedenden Wasserbad erwärmt. Das Product wurde einige Mal aus heissem Alkohol umkrystallisiert, wobei ein Körper vom Schmelzpunkt  $203$ – $204^{\circ}$  und einem Stickstoffgehalt von 6.60 pCt. erhalten wurde. Der Körper ist also Phtalanil (ber. für Phtalanil: N 6.28 pCt.).

Die Entstehung von Phtalanil aus dem Ester unter den beschriebenen Bedingungen spricht zu Gunsten der symmetrischen Constitution des Esters, da dem Phtalanil zweifellos die symmetrische Constitution zukommt, und da es unwahrscheinlich ist, dass bei  $100^{\circ}$  in Gegenwart von Anilin eine Umlagerung stattfinden soll; eher ist eine solche in Gegenwart von Salzsäure bei derselben Temperatur anzunehmen, also bei der Bildung des Esters aus dem unsymmetrischen Chlorid.

Ausser dem Phtalsäureeugenolester wurden von mir noch der Phenol- und *p*-Kresol-Ester der Behandlung mit Anilin bei  $100^{\circ}$  unterworfen; in beiden Fällen wurde Phtalanil als Reactionsproduct erhalten.

Einwirkung von Phenylhydrazin. Wird Phtalsäureeugenolester unter denselben Bedingungen, wie der Bernsteinsäureester, mit Phenylhydrazin behandelt, so bleibt er unverändert.

---

<sup>1)</sup> Wie ich mittlerweile erfahren habe, ist der Körper bereits vor längerer Zeit von Herrn Thoms dargestellt worden (Pharmaceutische Centralhalle, Jahrgang 32, S. 606). Derselbe fand den Schmelzpunkt bei  $100$ – $101^{\circ}$ .