

Ausser der Mesitylcarbonsäure beabsichtige ich noch, die bis jetzt unbekannt vicinale Diaminbenzoësäure, ( $\text{COOH}:\text{NH}_2:\text{NH}_2 = 1:2:6$ ), die ich durch Reduction der von mir dargestellten entsprechenden Nitraminbenzoësäure<sup>1)</sup> zu erhalten hoffe, in gemischte Anhydride überzuführen, und diese der Einwirkung von Alkohol zu unterwerfen.

437. C. Paal und Carl Koch: Ueber Pyridazinderivate.  
III. Dimethylpyridazindicarbonsäureester.

[Mittheilung aus dem pharm.-chem. Institut der Universität Erlangen.]

(Eingegangen am 14. Juli 1903.)

Kürzlich berichteten Paal und Ueber<sup>2)</sup> über die aus dem Curtius'schen<sup>3)</sup> 3.6-Dimethyl-4.5-dihydropyridazin-4.5-dicarbonsäureester darstellbaren Pyridazinderivate. Durch Oxydation erhielten sie aus dem Dihydroester die in der Ueberschrift genannte Verbindung. Bei Anwendung von Kaliumpermanganat als Oxydationsmittel entstand neben dem Dicarbonsäureester auch das Kaliumsalz der Estersäure. Durch Oxydation mit concentrirter Salpetersäure bildete sich in guter Ausbeute ein öliges Product, das im wesentlichen aus dem Ester bestand, aber nicht krystallisirt erhalten werden konnte. Wir haben nun gefunden, dass sich der Ester aus der Dihydroverbindung in reiner Form und mit quantitativer Ausbeute durch Oxydation mittels salpetriger Säure erhalten lässt.

1 Theil Dihydroester wird in 2 Theilen Eisessig gelöst und etwas mehr als die berechnete Menge Natriumnitrit in concentrirter, wässriger Lösung portionsweise eingetragen. Die Oxydation ist in wenigen Minuten beendet. Man stumpft hierauf die Essigsäure mit Sodalösung ab, wobei sich das Oxydationsproduct als gelbliches Oel abscheidet, das mit Aether ausgeschüttelt wird. Der mit entwässertem Natriumsulfat getrocknete Auszug hinterlässt nach dem Abdestilliren des Lösungsmittels das Pyridazinderivat als Oel, das beim Abkühlen rasch zu einer strahlig-krystallinischen Masse erstarrt. Der Schmelzpunkt lag bei  $22^\circ$  und änderte sich auch nicht, als die Substanz aus Ligroin umkrystallisirt wurde, aus dem sie sich in langen, weissen, gefiederten Nadeln abschied. Der Erstarrungspunkt liegt bei  $21^\circ$ . (Der in der Abhandlung von Paal und Ueber angegebene Schmelzpunkt

<sup>1)</sup> Diese Berichte 35, 3863 [1902].

<sup>2)</sup> Diese Berichte 36, 497 [1903].

<sup>3)</sup> Journ. prakt. Chem. (2) 50, 519.

des Esters ist demnach unrichtig). Der Dimethylpyridazindicarbonsäureester siedet bei Atmosphärendruck unter erheblicher Zersetzung bei 275°. Im luftverdünnten Raum, bei 22 mm Druck, destilliert die Substanz unter geringer Zersetzung bei 200°.

0.1671 g Sbst.: 0.3506 g CO<sub>2</sub>, 0.0988 g H<sub>2</sub>O. — 0.197 g Sbst.: 20.5 ccm N (24° 732 mm).

C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>. Ber. C 57.16, H 6.35, N 11.11.  
Gef. » 57.22, » 6.56, » 11.22.

#### 438. Eduard Jordis: Ueber Doppelsalze des Antimontrichlorids.

(Eingegangen am 15. Juli 1903.)

Erwägungen, welche durch die Werner'schen Anschauungen über die Constitution anorganischer complexer Verbindungen entstanden sind, veranlassten mich, Untersuchungen über die Doppelsalze des Antimon-Trichlorids und -Trisulfids zu beginnen. Mein Ziel ist einerseits die Entstehungsbedingungen dieser Körper genau festzulegen, andererseits zu untersuchen, ob nicht auch hier<sup>1)</sup> Abkömmlinge bestimmter complexer Säuren vorliegen könnten. Seit längerer Zeit arbeitet Hr. Seidel unter meiner Leitung über die Alkalidoppelsalze des Antimonchlorids. Der Aufsatz des Hrn. Ephraim<sup>2)</sup> veranlasst mich, schon jetzt einige Ergebnisse der Untersuchung zu veröffentlichen, um Hrn. Seidel das Arbeitsfeld zu sichern. Die Untersuchung geht übrigens von ganz anderen Gesichtspunkten aus, als die des Hrn. Ephraim.

Dieser nimmt, ähnlich wie Werner, an, dass nur bis zu einer gewissen Höchstzahl Metall-, z. B. Alkalihalogene mit anderen, z. B. Schwermetallhalogenen zusammentreten können. Diese Höchstzahl wird aber nicht immer erreicht, wobei zu unterscheiden ist zwischen solchen Fällen, in denen sie durch passend gewählte Versuchsbedingungen noch erzielt werden kann und solchen, in denen dies auf keine Weise gelingt. Dabei ergäbe sich die Regel, dass die Bindefähigkeit für z. B. Alkalihalogene sinkt: 1. mit steigendem Atomgewicht des positiveren (Alkali) Metalls; 2. mit fallendem Atomgewicht des negativeren (Schwer-) Metalls; 3. mit steigendem Atomgewicht des Halogens.

<sup>1)</sup> J. Wagner, zur Isomerie der Cyanverbindungen. Verhandl. d. Naturf. und Aerzte 2, 1 [1903] 69, f.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 36, 1815—1824 [1903].