

Schwefelsäure mit rein gelber Farbe, von verdünnten Laugen orange-gelb (ohne Fluoreszenzerscheinungen) aufgenommen; Wasser, Aether und Ligroin lösen sie nicht, wohl aber Aceton, Alkohol, Chloroform, Essigester und Eisessig.

0.1220 g Sbst.: 0.3235 g CO₂, 0.0471 g H₂O.

C₂₄H₁₆O₆. Ber. C 72.0, H 4.0.

Gef. » 72.3, » 4.2.

3-Benzoyl-4-anhydromethyl-5.7-diacetoxy-[1.4-benzopyranol]-2-phenyl-*o*-carbonsäure.

Behandelt man das Phloroglucincondensationsproduct, ganz ähnlich wie dasjenige des Resorcins, mit Eisessig und Essigsäureanhydrid, so entsteht eine Diacetylverbindung, die jedoch nicht in krystallisirter, sondern nur in amorpher Form erhalten werden konnte. Sie wurde durch mehrmaliges Lösen in Eisessig und partielles Ausfällen mit Wasser gereinigt, ist gelblich gefärbt und schmilzt bei 189° unter Zersetzung.

Diese Carbonsäure löst sich nicht in Wasser, dagegen in Aceton, Aether, Chloroform, Essigester, Eisessig und Ligroin. Für die Analyse wurde die acht Tage lang im Exsiccator gestandene Substanz nochmals bei 100° im Wasserstoffstrom getrocknet.

0.1255 g Sbst.: 0.3174 g CO₂, 0.0504 g H₂O.

C₂₈H₂₀O₈. Ber. C 69.4, H 4.1.

Gef. » 68.9, » 4.4.

294. Herm. Kusel: Isocarbostyrliderivate mit metasubstituirtem Benzolkern.

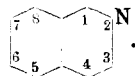
[Aus dem I. Berliner Chemischen Universitätslaboratorium.]

(Eingegangen am 30. April 1904.)

Im Benzolkern substituirte Derivate des Isocarbostyrls hat zuerst Paul Fritsch¹⁾ aus Kestolestern substituirtter Benzoösäuren synthetisirt, aber seine Methode war nicht anwendbar, wenn nach dem gewählten Ausgangsmaterial Isocarbostyrlile zu erwarten waren, die nur einen Substituenten in Stellung 6 oder 7²⁾ enthalten sollten. Der-

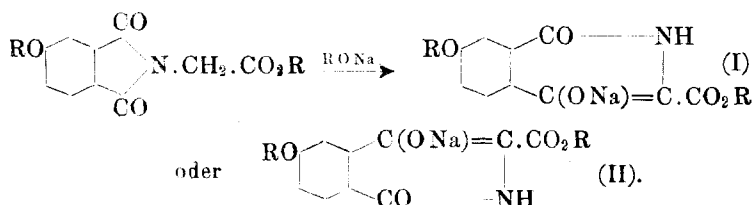
¹⁾ Ann. d. Chem. 286, 1 [1895]; 296, 344 [1897].

²⁾ Stellungsbezeichnung gemäss dem Schema:

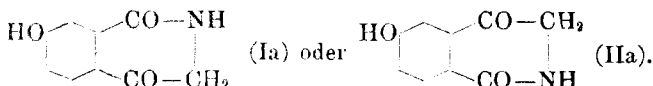


artige Verbindungen habe ich auf Veranlassung von Hrn. Professor S. Gabriel nach seiner neuerdings gefundenen Synthese¹⁾ aus Estern des β -Aethoxyphthalylglycins und des β -Aethoxyphthalylalanins durch Umlagerung mittels Natriumalkoholaten dargestellt.

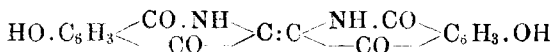
Bei der Behandlung des erstgenannten Esters mit Natriumalkoholaten im verschlossenen Gefäß bei 100° entstand in Folge einer Reaction, die sich analog der Bildung des Natracetessigesters nach Claisen's Theorie erklären lässt²⁾, zunächst ein Natriumsalz des 6- (oder 7-) Oxalkyl-(4)-oxyisocarbostyryl-(3)-carbonsäureesters:



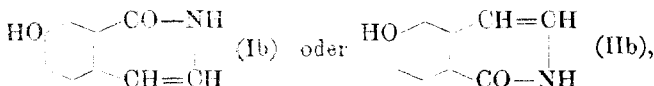
Beim Kochen der aus seiner wässrigen Lösung durch verdünnte Säuren oder Salmiak abgeschiedenen Verbindung $\text{RO} \cdot \text{C}_9\text{H}_3(\text{OH})_2(\text{CO}_2\text{R})\text{N}$ mit Brom- oder Jodwasserstoffsäure wird die Oxalkylgruppe verseift und die Carboxylgruppe abgespalten; es hinterbleibt sehr leicht hydrolysirbares halogenwasserstoffsaures Salz des 1.4.6- (oder .7)-Trioxyoisochinolins:



Durch Oxydation liefert dieser Körper, indem er in der Ketoform reagirt, ein Product von der empirischen Formel $\text{C}_9\text{H}_5\text{O}_3\text{N}$, welches in allen Eigenschaften dem von S. Gabriel und J. Colman gefundenen Carbindigo durchaus ähnlich, also jedenfalls auch bimolekular ist, und darum als Dioxycarbindigo:



bezeichnet werden darf. Bei der Reduction mittels Jodwasserstoffsäure und rothem Phosphor geht das Trioxyoisochinolin in 1.6- (oder .7)-Dioxyoisochinolin über:

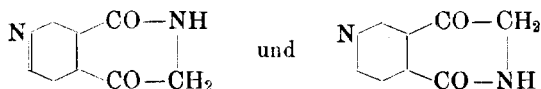


¹⁾ Diese Berichte 33, 980 [1900].

²⁾ l. c. S. 981 ff.

das, mit Phosphoroxychlorid unter Druck erhitzt, das entsprechende Dichlorisochinolin, über Zinkstaub destillirt aber Isochinolin, C_9H_7N , giebt.

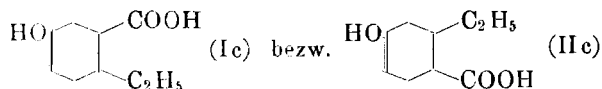
Durch die Bildung des Letzteren ist zwar die erwartete Constitution des anfänglichen Umlagerungsproductes als eines bihexacyclischen Systems mit dem Stickstoffatom in Stellung 2 sichergestellt, aber die Frage, ob der Substituent im Benzolkern in Stellung 6 oder 7 steht, d. h. ob die Formeln I, Ia und Ib oder II, IIa und IIb gelten, muss vorläufig unbeantwortet bleiben. Während sich nämlich die Constitution des Dioxycopyrins¹⁾, für welches eine ähnliche Entscheidung, und zwar zwischen den Formeln



zu treffen war, leicht ermitteln liess durch eine Reduction, welche zu



führte, gelang es in vorliegendem Falle nicht, durch Reduction den stickstoffhaltigen Ring zu sprengen, und etwa eine *p*- oder *m*-Aethylphenolcarbonsäure



zu erhalten, wodurch die Constitution bewiesen wäre.

Der β -Aethoxyphthalylalaninester liefert durch Behandlung mit Natriumalkoholat und Fällung der wässrigen Lösung des entstandenen Natriumsalzes mit verdünnten Säuren oder Salmiak 6- (oder 7-) Aethoxy-(4)-oxy-(3)-methylisocarbostyryl, aus dem beim Kochen mit Jodwasserstoffsäure (3)-Methyl-1.4.6- (oder .7)-trioxyisochinolin wird.

I. β -Aethoxyphthalyl-glycinester.

1. Condensation des β -Aethoxy-phthalsäureanhydrids mit Glykocoll. Die Componenten werden in molekularem Verhältniss (1:0.39) gemengt und auf 140° erhitzt. Die klare Schmelze schäumt auf, indem Wasserdämpfe entweichen, erstarrt alsdann und wird aus 120 Theilen Wasser umkrystallisirt.

¹⁾ Diese Berichte 35, 1362 [1902].

Die farblosen Krystalle sind flache Stäbchen, schmelzen bei 179° und lösen sich ausser in Wasser sehr leicht in Aceton, leicht in Alkohol und anderen Lösungsmitteln; schwer in Benzol, Xylol, Pseudocumol, nicht in Ligroin und Petroläther.

0.1442 g Sbst.: 7.1 ccm N (16.5°, 772 mm).

$C_2H_5O \cdot C_6H_3(CO)_2N \cdot CH_2 \cdot COOH$, d. i. β -Aethoxyphthalyl-glycin,
= $C_{12}H_{11}O_5N$. Ber. N 5.62. Gef. N 5.81.

2. Veresterung. Man löst die Verbindung in der fünffachen Menge heissem Aethylalkohol und sättigt unter Ausschluss von Feuchtigkeit mit Salzsäuregas. Darnach erstarrt die Lösung zu einem Krystallbrei, den man mit Wasser wäscht und aus 4 Theilen Alkohol umkrystallisirt. Die grossen, farblosen Nadeln schmelzen bei 118°, sind unlöslich in Ligroin und Petroläther, löslich in Aether, Alkohol, Aceton, Chloroform, Essigester, Benzol und Homologen.

0. 1405 g Sbst.: 0.3106 g CO_2 , 0.0701 g H_2O .

$C_{14}H_{15}O_5N$. Ber. C 60.65, H 5.41.
Gef. » 60.27, » 5.59.

3. Umlagerung: a) mittels Natriumäthylat. 10 g β -Aethoxyphthalyl-glycinäthylester werden in 45 ccm Aethylalkohol gelöst und in ein Einschlussrohr oder bequemer in ein Kupferkölbchen gefüllt. Dazu giebt man eine Lösung von 1 g Natrium in 20 ccm Aethylalkohol, verschliesst das Gefäss schnell und erhitzt es 2 $\frac{1}{2}$ —3 Stdn. im Wasserbade. Der erkaltete Inhalt bildet alsdann eine gelbgrüne Gallerte, die von einem gelben Salz durchsetzt ist. Die gesammte Masse wird in lauem Wasser gelöst, mit Salmiaklösung oder verdünnter Säure versetzt und ganz gelinde auf dem Wasserbade erwärmt, wobei die entstandene schleimige Fällung krystallinisch und nun gut filtrirbar wird. Aus Aethylalkohol oder viel Wasser krystallisirt die Verbindung in farblosen Nadeln, die sich gegen 233° unter Blasenwerfen zersetzen.

0.1468 g Sbst.: 0.3241 g CO_2 , 0.0707 g H_2O . — 0.1431 g Sbst.: 0.3166 g CO_2 , 0.0708 g H_2O .

$C_{14}H_{15}O_5N$. Ber. C 60.65, H 5.41.
Gef. » 60.22, 60.34, » 5.34, 5.5.

Die dem Ausgangsmaterial isomere Substanz ist 6- (oder 7-) Aethoxy-(4)-oxyisocarbostyryl-(3)-carbonsäureäthylester. Die Rohausbeute beträgt etwa 50 pCt. der Theorie. Die Verbindung ist leicht löslich in Aceton und Eisessig, unlöslich in Aether, Ligroin, Petroläther, Benzol, Chloroform, sowie in Ammoniak. Concentrirtes, fixes Alkali bildet das oben erwähnte Alkalisalz zurück, das in verdünnter, alkoholisch-alkalischer Lösung beim Erwärmen unter Farben

wechsel Zersetzung erleidet. Salmiak oder Säuren fällen dann nicht mehr das beschriebene Isocarbostyrylderivat.

b) Mittels Natriummethylat. Man digerirt den β -Aethoxy-phtalylglycinäthylester in der sechsfachen Menge Methylalkohol nach Zusatz von $\frac{1}{3}$ seines Gewichtes Natrium, das in 25 Theilen Methylalkohol gelöst ist, wie bei a) in verschlossenem Gefäß bei 100° . Der erkaltete, gelatinirte, ebenfalls von einem gelben Salz durchsetzte Inhalt wird in Wasser gelöst, durch Salmiak oder verdünnte Säuren gefällt und schwach erwärmt. Der dabei entstandene Niederschlag krystallisirt aus Methylalkohol in farblosen Nadeln, die gegen 248° unter Blasenwerfen dunkelroth und flüssig werden.

0.1514 g Sbst.: 0.3251 g CO_2 , 0.0625 g H_2O . — 0.1489 g Sbst.: 0.3142 g CO_2 , 0.0617 g H_2O . — 0.1440 g Sbst.: 7.1 ccm N (17° , 756.5 mm).

$\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{O}_5\text{N}$. Ber. C 57.80, H 4.41, N 5.62.

Gef. » 57.42, 57.55, » 4.49, 4.6, » 5.70.

Somit ist die Verbindung aus dem Ester unter Austausch der Aethyl- gegen Methyl-Gruppen und Umlagerung entstanden und zu bezeichnen als 6- (oder 7-) Methoxy-(4)-oxyisocarbostyryl-(3)-carbonsäuremethylester. Das vorliegende Product verhält sich in Bezug auf Löslichkeit und gegen Alkalien ganz wie die bei a) beschriebene Aethylverbindung; die Ausbeuten waren aber stets besser, nämlich gegen 70 pCt. der Theorie.

4. Verseifung der Umlagerungsproducte. Die zu 3a) und b) erhaltenen Verbindungen werden in Portionen von 3—6 g in Kölbchen von 100—150 ccm Inhalt mit eingeschliflenem Luftkühlrohr mit der fünffachen Menge Bromwasserstoffsäure (spec. Gewicht = 1.49) gekocht. Es tritt bald lebhaftes Schäumen ein; im Kühlrohr condensiren sich Tropfen von Bromalkyl, und Kohlensäure entweicht. Nach 4—6 Stunden ist die Reaction beendet, und der Inhalt des Kölbchens erstarrt beim Abkühlen zu einem ziegelrothen Krystallbrei. Man saugt ihn über einem Platinconus ab und trocknet ihn auf Thon. Er besteht aus einem Bromhydrat, das beim Behandeln mit Wasser leicht die Säure verliert und mattrothe, beiderseits spitze Nadeln hinterlässt, die aus Wasser umkrystallisirt werden. Bei höherer Temperatur verfärben sie sich, sind aber bei 300° noch nicht geschmolzen.

0.1425 g Sbst.: 0.3182 g CO_2 , 0.0539 g H_2O . — 0.1375 g Sbst.: 9.6 ccm N (17° , 757 mm).

$\text{C}_9\text{H}_7\text{O}_3\text{N}$. Ber. C 61.01, H 3.95, N 7.9.

Gef. » 60.91, » 4.21, » 8.07.

Die Verbindung ist also $\text{HO}\cdot\text{C}_9\text{H}_4(\text{OH})_2\text{N}$, d. i. 1.4.6- (oder .7-) Trioxyisochinolin. Die Rohausbeute beträgt über 80 pCt. der Theorie. Es löst sich auch in Alkohol und Eisessig, nicht in Aether,

Benzol, Ligroin und Petroläther. Von Alkalien wird das Trioxyisochinolin leicht gelöst; beim Erwärmen an der Luft wird diese Lösung tiefdunkelviolett, und verdünnte Säuren fällen nun ein rothflockiges, in allen üblichen Lösungsmitteln völlig unlösliches Product, den Dioxy-carbindigo (s. unten).

Weit schneller (schon in $1\frac{1}{2}$ —2 Stunden) vollzieht sich die Bildung der Trioxyverbindung, wenn man statt der Bromwasserstoffsäure Jodwasserstoffsäure (spec. Gewicht = 1.7) verwendet. Beim Erkalten der Lösung scheidet sich auch in diesem Falle ein Salz, gelbliches Trioxyisochinolinjodhydrat, ab, das bei der Behandlung mit Wasser ebenfalls die Säure verliert.

5. Reduction des Trioxy-isochinolins. Die Substanz wird mit einem Viertel bis zu einem Drittel ihres Gewichtes rothem Phosphor verrieben und mit der achtfachen Menge Jodwasserstoffsäure (spec. Gewicht = 1.7) in einem Bombenrohr 3 Stunden auf 185° erhitzt. Beim Oeffnen zeigt sich starker Druck. Im Rohr befindet sich als eine durchsichtige, strahlige Krystallmasse ein Jodhydrat, das abgesaugt und auf Thon getrocknet wird. Warmes Wasser spaltet daraus die Säure ab; es hinterbleiben farblose Nadeln, die durch Umkrystallisiren aus 25 Theilen Wasser gereinigt werden. Sie schmelzen bei 270° .

0.1405 g Sbst.: 0.3442 g CO_2 , 0.0570 g H_2O . — 0.1465 g Sbst.: 11.1 ccm N (16° , 760 mm).

$\text{C}_9\text{H}_7\text{O}_2\text{N}$. Ber. C 67.08, H 4.43, N 8.7.

Gef. » 66.83, » 4.48, » 8.8.

Nach den bisherigen Erfahrungen bei Oxyisocarbostyriren ist mit Sicherheit anzunehmen, dass das in Stellung 4 befindliche Hydroxyl reducirt worden, mithin das Reductionsproduct als 6- (oder 7-)Oxyisocarbostyryl zu bezeichnen ist. Die Robausbeute betrug bestenfalls 36 pCt. der Theorie. Die Verbindung löst sich in Alkohol, schwerer in Aceton, garnicht in Aether, Ligroin, Petroläther, Benzol und Homologen, Essigester, Chloroform. Die alkalische Lösung bleibt selbst beim Erwärmen farblos, im Gegensatz zu jener des Trioxyisochinolins, ein weiterer Beweis dafür, die Gruppierung .CO.CH_2 = $[\text{C}(\text{OH})\text{:CH.}]$ nicht mehr vorhanden ist. Die trockne Substanz giebt, mit Zinkstaub erhitzt, alsbald den charakteristischen Geruch des Isochinolins.

6. Chlorirung des 6- (oder 7-)Oxyisocarbostyryls. Die Substanz wird mit der vierfachen Menge frisch destillirten Phosphor-oxychlorids (Sdp. 107°) 4 Stunden auf 165° im Rohr erhitzt. Nach Erkalten tröpfelt man die Lösung auf Eisstücke. Der Niederschlag wird abfiltrirt, mit Wasser gewaschen und im Dampfstrom destillirt.

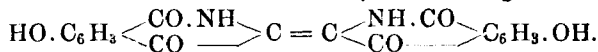
Sehr langsam gehen Oeltröpfchen über, die zu feinen Nadeln erstarren und bei 95.5—96° schmelzen.

0.1764 g Sbst.: 0.2548 g AgCl.

$C_9H_5NCl_2$. Ber. Cl 35.86. Gef. Cl 35.75.

Das vorliegende 1.6- (oder .7-)Dichlor-isochinolin ist in allen üblichen Lösungsmitteln löslich, aber nicht in Alkalien. Mit Goldchlorid und Platinchlorwasserstoffsäure bildet es in salzsaurer Lösung gelbe, krystallisirte Salze.

7. Oxydation des 1.4.6- (oder .7-)Trioxy-isochinolins. Auf die rothe Fällung, die sich aus der alkalischen Lösung des Trioxy-isochinolins erhalten lässt, ist schon oben bei 5. hingewiesen. Am besten aber erhält man sie aus heisser, zehnpromcentiger, salzsaurer Lösung der Substanz, auf Zusatz von heisser, salzsaurer Wasserstoff-superoxydlösung. Der abfiltrirte, amorphe, tiefdunkelrothe Niederschlag wird mit kochendem Wasser gewaschen und flüchtig auf Thon getrocknet. Nur unter folgenden Bedingungen war er krystallisirt zu erhalten: 50 mg Substanz werden in einem Reagensglas mit 2½ ccm Schwefelsäure (D = 1.775), die man sich durch Vermischen von 10 ccm Wasser mit 30 ccm concentrirter Schwefelsäure (D = 1.84) herstellt, innig verrührt, und nun unter stetem Umrühren mit dem Thermometer einige Augenblicke bis auf 165—170° erwärmt; dann ist eine tiefrothe, klare Lösung entstanden; aus ihr scheiden sich bei langsamem Erkalten rothe Nadeln ab, die sich zum Theil zu strahlig kugeligen Aggregaten zusammensetzen. Danach giesst man das Ganze auf eine harte (für quantitative Zwecke bestimmte) Thonplatte und spritzt die Krystalle gleich nach dem Eintrocknen der Schwefelsäure in eine Schale, in der sie mit viel Wasser aufgeköcht, nun filtrirt und mit kochendem Wasser gewaschen werden. Die Substanz ist jetzt völlig krystallinisch, enthält jedoch in wechselnden kleinen Mengen Unverbrennliches, das von der Thonplatte herrührt. Im Schmelzröhrchen färbt sie sich von ca. 260° dunkler, ist aber bei 300° noch nicht geschmolzen. Auf dem Platinblech erhitzt, entweicht etwas röthlicher Dampf und die Substanz schmilzt zu einer zähen, schwarzen Masse, worauf sie unter Blasenwerfen verkohlt. Bei der Elementaranalyse ist im Verbrennungsrohr vorübergehend ein rothes Sublimat zu bemerken. Wegen ihrer Unlöslichkeit selbst in Nitrobenzol konnte eine ebullioskopische Molekulargewichtsbestimmung nicht ausgeführt werden, während dies beim Carbindigo¹⁾ möglich war. Nach Entstehungsweise und Verhalten ist sie aber als dessen völliges Analogon anzusprechen. Man darf die Substanz daher als Dioxy-carbindigo bezeichnen:



¹⁾ Diese Berichte 35, 2430 [1902].

Die Analysen stimmten (nach Abzug der Asche) auf diese Formel:

0.1166 g Sbst.: 0.2562 g CO₂, 0.0313 g H₂O, 0.0025 g Asche. — 0.1239 g Sbst.: 0.2719 g CO₂, 0.0325 g H₂O, 0.0031 g Asche. — 0.1095 g Sbst.: 7.6 ccm N (17°, 758 mm), 0.0018 g Asche.

C₁₈H₁₀O₆N₂. Ber. C 61.71, H 2.86, N 8.0.
Gef. » 61.24, 61.38, » 3.04, 2.99, » 8.2.

Das Trioxyisochinolin giebt etwa 20 pCt. rohen und nur 8 pCt. der Theorie krystallisirten Dioxycarbindigo. In Alkalien löst er sich. Die ammoniakalische Lösung ist tiefviolet, an der Oberfläche goldig schimmernd. Mit wenig Kalilauge entsteht eine tiefdunkle, blauviolette Lösung, die auf Zusatz von mehr Alkali schwach hellgelb wird. Setzt man nun vorsichtig Salmiak hinzu, so entsteht wieder die gefärbte Lösung, und beim Kochen wird Dioxycarbindigo regenerirt.

II. *β*-Aethoxyphthalyl-alaninester.

1. Condensation des *β*-Aethoxyphthalsäureanhydrids mit Alanin. In 1 Theil geschmolzenes, 145—150° warmes Anhydrid werden 0.46 Gew.-Th. Alanin eingerührt. Es tritt Lösung und Wasserdampf-Entwicklung unter lebhaftem Schäumen ein. Die Schmelze erstarrt, wenn man sie mit heissem Wasser durchrührt. Aus 60 Theilen Wasser krystallisirt die Verbindung in länglichen, an den Schmalseiten abgeschrägten Plättchen, die bei 146° schmelzen.

0.1428 g Sbst.: 6.7 ccm N (15.5°, 761 mm).

C₁₃H₁₃O₅N. Ber. N 5.35. Gef. N 5.45.

Das *β*-Aethoxyphthalyl-alanin, C₂H₅O.C₆H₄(CO)₂N.CH(CH₃).CO₂H, erhält man in einer Ausbeute von 75 pCt. der Theorie. Es ist in allen üblichen Lösungsmitteln löslich, ausser in Ligroin und Petroläther.

2. Veresterung. Die Substanz wird in 5 Theilen Alkohol mit Salzsäuregas gesättigt. Dann giesst man die Lösung in Wasser, äthert den ölig abgeschiedenen Ester aus, verdampft den Aether und löst das Oel nochmals in 5 Theilen Alkohol, aus dem beim Abkühlen Stäbchen vom Schmp. 78° anschiessen.

0.1232 g Sbst.: 0.2782 g CO₂, 0.0639 g H₂O.

C₁₅H₁₇O₅N. Ber. C 61.8, H 5.8.

Gef. » 61.6, » 5.8.

Die Ausbeute an *β*-Aethoxyphthalyl-alaninäthylester beträgt gegen 55 pCt. der Theorie. Er ist unlöslich in Ligroin und Petroläther.

3. Umlagerung mittels Natriumäthylat. Der Ester wird in der fünffachen Menge Aethylalkohol gelöst und dazu $\frac{1}{6}$ seines Gewichtes Natrium in 25—30 Theilen Alkohol frisch gelöst gegeben,

darauf $2\frac{1}{2}$ —3 Stunden bei 100° im verschlossenen Rohr oder Kupfergefäß erhitzt. Nach dem Erkalten wird die mit gelbem Salz durchsetzte Gallerte in kaltem Wasser gelöst und mit Salmiaklösung oder verdünnten Säuren versetzt. Der schwach-gelbe, schleimige Niederschlag nimmt beim Stehen krystallinisches Gefüge an. Er krystallisiert aus 200 Theilen Wasser, verliert beim Erwärmen über 100° Wasser und wird lederartig. Bei höherer Temperatur färbt er sich noch tiefer dunkel und zersetzt sich unter Schäumen gegen 285° . Zur Analyse wurde die Substanz daher nur im Vacuumexsiccator getrocknet.

0.1215 g Sbst.: 0.0098 g Gewichtsverlust bei 125° . — 0.1087 g Sbst.:
0.2413 g CO_2 , 0.0620 g H_2O .

$\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{O}_3\text{N}\cdot\text{H}_2\text{O}$. Ber. C 60.75, H 6.32, Krystallwasser 7.60.
Gef. » 60.54, » 6.34, » 8.06.

Die Ausbeute an 6- (oder 7-)Aethoxy-(3)-methyl-(4)-oxyisocarbostyryl, beträgt 45 pCt. der Theorie. Es ist unlöslich in Aether, Ligroin, Petroläther, sowie in Ammoniak. Fixe Alkalien lösen es leicht; concentrirtes Alkali fällt das oben erwähnte gelbe Salz, das sich in concentrirter Schwefelsäure mit tiefvioletter Farbe löst.

4. Verseifung. Die Verbindung wird mit der zwei- bis dreifachen Menge entfärbter Jodwasserstoffsäure (spec. Gew. 1.7) im Rückflusskölbchen etwa 1 Stunde über kleiner Flamme erwärmt. Es tritt Lösung ein, und im Kühlrohr zeigen sich Tropfen von Jodäthyl. Beim Erkalten entsteht ein gelblicher Krystallbrei, der über einem Platinconus abgesaugt und auf Thon getrocknet wird. Es liegt ein Jodhydrat vor, das bei der Behandlung mit Wasser die Säure leicht abgiebt. Aus 100 Theilen Wasser unkrystallisiert, bildet die Substanz linealförmige Plättchen, die sich gegen 240° zersetzen.

0.1205 g Sbst.: 0.2757 g CO_2 , 0.0528 g H_2O .

$\text{C}_{10}\text{H}_9\text{O}_3\text{N}$. Ber. C 62.8, H 4.71.
Gef. » 62.4, » 4.78.

Das (3)-Methyl-1.4.6- (oder .7-)trioxy-isochinolin löst sich in Methyl-, Aethyl- und Amyl-Alkohol, Eisessig, Aceton; ferner in Alkalien und auch in Ammoniak; es ist kaum löslich in Essigester, Benzol und Homologen, garnicht in Ligroin und Petroläther.