

eine Gewichtsabnahme von 0.0371 g. Die Totalanalyse des Productes 3 ergibt sich also, wie folgt:

$$\begin{aligned} \text{S} &= 35.85 \text{ pCt.} \\ \text{Cs} &= 59.17 \text{ »} \\ \text{H}_2\text{O} &= 4.67 \text{ »} \\ &99.69 \text{ pCt.} \end{aligned}$$

Die Analyse eines wasserfreien Cäsiumpentasulfides ergab die nachstehenden Werthe:

$$\begin{aligned} 0.2077 \text{ g Sbst.: } &0.5683 \text{ g BaSO}_4. \quad - \quad 0.3316 \text{ g Sbst.: } 0.9015 \text{ g BaSO}_4. \quad - \\ 0.3615 \text{ g Sbst.: } &0.1652 \text{ g Pt } ^1). \\ \text{Ber. S } &37.62, & \text{Cs } &62.38. \\ \text{Gef. » } &37.57, 37.33, \text{ Mittel } &37.45, & \text{ » } 62.35. \end{aligned}$$

Der Körper löst sich schon in der Kälte reichlich in 70-proc. Alkohol zu einer dunkelrothgelben Flüssigkeit, aus der ohne Schwefelabscheidung wiederum rothe Krystalle anschiessen; die Cäsiumbestimmung ergab einen Werth, der sich der Theorie noch etwas besser anschliesst, als die der frisch dargestellten, wasserhaltigen Präparate.

$$\begin{aligned} 0.3877 \text{ g Sbst.: } &0.3167 \text{ g Cs}_2\text{SO}_4. \\ \text{Gef. Mittelwerth aus den Analysen } &\text{Ber.} \\ &\text{der frischen Präparate} \\ \text{Cs } &60.02 & 59.32 & \text{Cs } 62.38. \end{aligned}$$

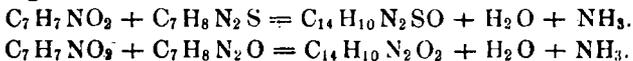
Das specifische Gewicht beträgt 2.806 (16°).

Der Schmelzpunkt ergibt sich, im Schmelzpunktsapparat bestimmt, zu 202°, beim Schmelzen grösserer Mengen, in welche das Thermometer unmittelbar eintaucht, zu 204–205°.

13. Br. Pawlowski: Neue, directe Synthesen der Keto-chinazolinderivate.

(Eingegangen am 5. December 1904.)

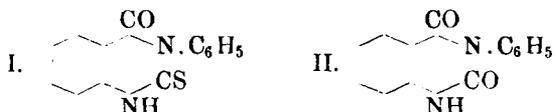
Der Monophenylthioharnstoff und Monophenylharnstoff condensiren sich mit der Anthranilsäure ziemlich leicht im Sinne der Gleichungen:



Man erhielt dabei die schon früher nach anderen Verfahren dargestellten und bekannten Verbindungen, nämlich: das 2-Thio-3-phenyl-

¹⁾ Cs₂S₅ wurde in das Chlorid durch Ansäuern mit Salzsäure übergeführt, dieses als Cs₂PtCl₆ gefällt, die im Neubauer'schen Platintiegel gesammelte Substanz durch Glühen zerstört und mit Wasser extrahirt.

4-ketotetrahydrochinazolin (I) und das 3-Phenyl-2.4-diketotetrahydrochinazolin (II)¹⁾:



Eine molekulare Mischung der Anthranilsäure und Monophenylthioharnstoff wurde in einem langhalsigen Rundkolben über freier Flamme erhitzt, wobei das Thermometer in die Masse eintauchte. Aus der geschmolzenen und schäumenden Masse treten Wasserdampf, Ammoniak und etwas Schwefelwasserstoff aus, bis auf einmal, bei 160—165°, die Flüssigkeit erstarrt. Dreimalige Krystalliation aus Alkohol giebt kleine, unregelmässige, perlgänzende Blättchen, die bei 304—306° schmelzen.

$C_{11}H_{10}N_2OS$. Ber. C 66.14, H 3.93, N 11.02, S 12.59.

Gef. » 65.61, » 4.21, » 11.19, » 12.39.

Folglich zeigt der so erhaltene Körper die Zusammensetzung und die Eigenschaften des 2-Thio-3-phenyl-4-keto-tetrahydrochinazolins (I); er lässt sich durch alkalische Wasserstoffsperoxyd-lösung in das 3-Phenyl-2.4-diketotetrahydrochinazolin (II) überführen.

Eine molekulare Mischung von Anthranilsäure und Monophenylharnstoff wurde wie oben 1½ Stunden auf 160—180° und dann noch während 10—15 Minuten auf 200° erhitzt, bis das Schäumen aufhörte. Nach dreimaligem Auskrystallisiren der erstarrten, glasigen Masse erhält man farblose, lange, flache Prismen und Nadeln, die bei 275—277° schmelzen. Aus kochendem Eisessig krystallisiren grosse, viereckige und fast quadratische Blättchen aus. Der Körper ist in Alkalien löslich, und die Lösungen zeigen nach Verdünnen mit Wasser eine hübsche, violette Fluorescenz, die bei der alkalischen Auflösung der schwefelhaltigen Körper (I) nicht beobachtet werden konnte.

$C_{14}H_{10}N_2O_2$. Ber. C 70.54, H 4.23, N 11.79.

Gef. » 70.43, » 4.31, » 11.98.

Folglich stellt die erhaltene Verbindung das 3-Phenyl-2.4-diketotetrahydrochinazolin (II) vor.

¹⁾ Chemik polski 1904, 961.