

II. 2 g des β -Dioxims liefern unter denselben Versuchsbedingungen 0.3 g des Oxidiazins vom Schmp. 144–144.5° neben 1.1 g des γ -Dioxims.

III. Zu einer Lösung von 1 g des γ -Dioxims in 40 ccm trocknen Äthers gibt man 2 g Phosphorpentachlorid und kocht das Ganze $\frac{1}{4}$ Stde. unter Rückfluß auf dem Wasserbade. Die abgegossene und mit Wasser durchgeschüttelte Lösung gibt an verd. Natronlauge 0.5 g unangegriffenes Ausgangsprodukt ab, während im Äther 0.2 g des Oxidiazins verbleiben.

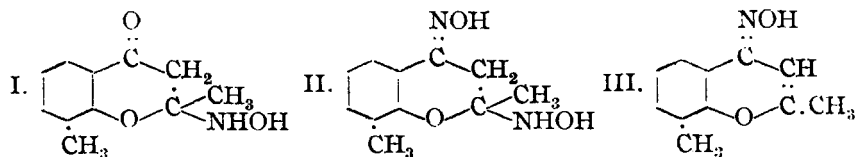
Marburg, Chemisches Institut.

472. Georg Wittig und Fritz Bangert: Über die Einwirkung von Hydroxylamin auf Chromone.

(Eingegangen am 24. Oktober 1925.)

Obwohl sich die Carbonylgruppe der Chromone gegenüber Keton-Reagenzien außerordentlich träge verhält, zeigt sie gegenüber Hydroxylamin eine auffallende Reaktionsfreudigkeit. Die Vermutung, daß der Prozeß der Oximierung über Zwischenphasen verläuft, gab den Anstoß zu den folgenden Betrachtungen.

Nach Untersuchungen von Harries an analogen Körpern¹⁾ läßt sich zunächst eine Addition des Hydroxylamins an die Doppelbindung im Pyron-Ring unter Bildung eines Oxamino-chromanons (I) erwarten, dessen Ketogruppe sich nun leicht oximieren kann. Beim Ansäuern würde man unter Abspaltung von Hydroxylamin das Oxim des Chromons (III) erhalten.



Bei der Einwirkung von Hydroxylamin in neutraler Lösung auf das 2.8-Dimethyl-chromon und das 2.8-Dimethyl-4-thio-chromon gewann man das Oxim des 2.8-Dimethyl-chromons vom Schmp. 145° (III).

Daneben stellte man Produkte fest, deren Untersuchung noch nicht abgeschlossen ist. Doch deutet alles auf die Anlagerung von Hydroxylamin an den Pyron-Ring, die Simonis²⁾ am unsubstituierten Chromon durch Isolierung des Oxamino-chromanons nachwies.

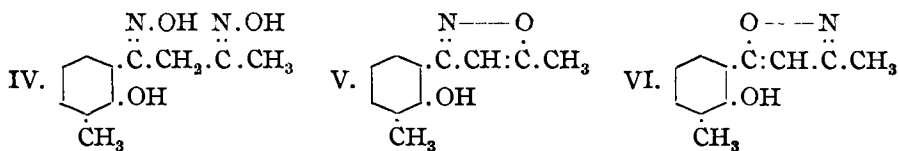
Ganz anders verläuft die Oximierung des 2.8-Dimethyl-chromons in alkalischer Lösung nach einer Vorschrift, die Simonis³⁾ allgemein zur Gewinnung von Chromon-oximen anwandte. Säuerte man die noch warme Reaktionslösung mit verdünnter Mineralsäure an, so resultierte auch in diesem Falle das Oxim des 2.8-Dimethyl-chromons. Bei vorsichtiger Zugabe von Essigsäure dagegen fiel ein Körper von der Zusammensetzung C₁₁H₁₄O₃N₂ aus, in dem wir das Oxim des 2.8-Dimethyl-3-oxamino-chromanons (II) vermuteten, das durch Hydroxylamin-Abspaltung mittels

¹⁾ A. 330, 190 [1904].

²⁾ Simonis, „Chromone“ in der Sammlung chemisch-technischer Vorträge von Ahrens [1917], S. 441.

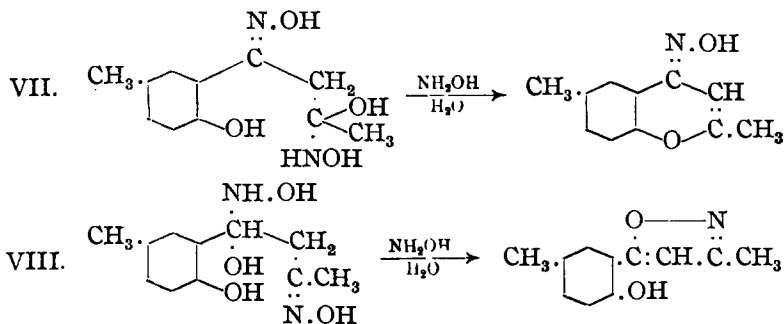
³⁾ B. 47, 696 [1914].

Säuren in das Oxim des 2.8-Dimethyl-chromons übergeht. Da man aber bei der Behandlung des 2-Acetylaceto-6-methyl-phenols mit Hydroxylamin zum gleichen Produkt gelangte, ist die Ringaufspaltung des Chromons zum 2-Acetylaceto-6-methyl-phenol⁴⁾ und die nachfolgende Bildung des



Dioxims (IV) bewiesen. Bei der Einwirkung heißer verdünnter Mineralsäuren verseifte sich die phenyl-ferne Oximgruppe, und unter Ringschluß⁴⁾ entstand das Oxim des 2.8-Dimethyl-chromons, dessen Konstitution oben festgelegt wurde.

Bei der Behandlung des Dioxims mit kalten Säuren bildete sich neben dem Oxim I ein alkali-lösliches Produkt von der gleichen Summenformel $\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{O}_2\text{N}$. Da sich beide Isomeren mit konzentrierten Laugen und Säuren nicht ineinander umwandeln lassen, kann es sich nicht um ein stereoisomeres Oxim handeln. Nun konnte dieser Körper, der im Gegensatz zum Oxim I einer Eisenchlorid-Lösung eine kornblumenblaue Farbe erteilt, aus dem Dioxim auch durch Einwirkung von alkoholischem Ammoniak dargestellt werden, also unter Bedingungen, bei denen eine Chromon-Bildung absolut unmöglich ist. Daraus folgt als einzige Möglichkeit, daß unter Verseifung einer Oximgruppe das Oxyphenyl-isoxazol V oder VI entstanden ist. Quantitativ gewann man das Isoxazol aus dem Dioxim durch Erhitzen seiner Schmelze bei 160° , ähnlich der Bildung des α, γ -Dimethyl-isoxazols aus dem Dioxim des Acetyl-acetons⁵⁾. Da man allgemein die Tendenz zur Abspaltung der phenyl-abgewandten Oximgruppe aus dem Dioxim IV beobachtete, liegt dem Oxyphenyl-isoxazol aller Wahrscheinlichkeit nach das Formelbild V zugrunde⁶⁾, das durch Ozon-Spaltungen noch sicher gestellt werden soll.



Bei der Übertragung der alkalischen Oximierung auf das 2.6-Dimethyl-chromon stellte man ebenfalls eine Ringsprengung fest, wobei es gelang,

⁴⁾ B. 57, 89 [1924]. ⁵⁾ Combes, A. ch. [6] 12, 315 [1887].

⁶⁾ Dafür spricht auch, daß v. Auwers und Ottens (B. 58, 2074) unter Abspaltung der phenyl-abgewandten Gruppen aus dem 1-Oxim-3-semicarbazone des Benzoyl-acetaldehyds die Phenyl-pyrazol-carbonsäure und aus dem 3-Oxim-1-semicarbazone des Benzoyl-acetaldehyds das Phenyl-isoxazol erhielten.

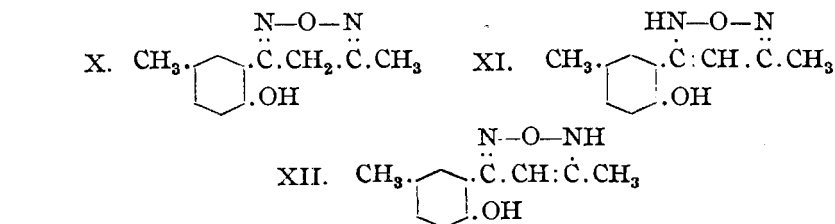
einen äußerst labilen Körper zu fassen, der nach dem Schmelzen bei 70–73° wieder erstarrte und den Schmelzpunkt des Dioxims des 2-Acetylaceto-4-methyl-phenols bei 122° zeigte. Der Analyse und dem Verhalten nach liegt hier ein Oxamino-oxim (VII) vor, dessen Oxaminogruppe von der Phenylgruppe abgewandt liegen muß, da dieses im Gegensatz zum Dioxim des 1.3-Diketons mit kalter Säure leicht das Oxim des 2.6-Dimethyl-chromons vom Schmp. 184° lieferte.

Bei Annahme des Isomeren VIII wäre diese größere Tendenz zur Pyron-Ringbildung nicht einzusehen, eher eine Isoxazol-Bildung, bei der die gegenüber der Oximgruppe leichter abspaltbare Oxyaminogruppe austritt.

Mit heißen Mineralsäuren lieferte auch das Dioxim das Oxim des 2.6-Dimethyl-chromons⁷⁾; dagegen gelang es nicht, selbst bei Einwirkung kalter Säuren daneben das zu erwartende Oxyphenyl-isoxazol festzustellen. Man erhält es neben dem Oxim des 2.6-Dimethyl-chromons aus der Schmelze des Dioxims des 2-Acetylaceto-4-methyl-phenols.

Als wir zur Gewinnung des Isoxazols aus dem Dioxim dieses in alkoholischem Ammoniak stehen ließen, faßten wir zu unserer Überraschung das Oxamino-oxim (VII). Offenbar hatte sich in der absolut-alkoholischen Lösung an die phenyl-abgewandte Oximgruppe Ammoniak angelagert, das sich beim Ansäuern gegen Wasser austauscht.

Naheliegend ist die Annahme eines gleichen Additionsproduktes (IX) als Zwischenglied bei der Bildung des Oxyphenyl-isoxazols V aus dem Dioxim IV, während unter gleichen Bedingungen beim Dioxim des 2-Acetylaceto-4-methyl-phenols die Reaktion nur bis zum Ammoniak-Anlagerungsprodukt IX geht, entsprechend seiner geringeren Neigung zum Isoxazol-Ringschluß, der aus den oben angeführten Reaktionen hervorgeht.



Auch bei längerem Erhitzen mit Natronlauge ließ sich das Dioxim des 2-Acetylaceto-4-methyl-phenols nicht in ein entsprechendes Oxyphenyl-isoxazol verwandeln. Statt dessen isolierte man einen alkalilöslichen Körper von der Summenformel C₁₁H₁₂O₂N₂, der nach Schotten-Baumann ein Dibenzoat lieferte. Demnach hat sich intermediär das Anhydrid des Dioxims (X) gebildet, eine Reaktion, die analog der An-

⁷⁾ v. Auwers und Lämmerhirt (A. 421, 54) erhielten bei der Oximierung des 2.6-Dimethyl-chromons einen Körper vom Schmp. 151°, den sie als sein Oxim ansprachen. Leider gelang es trotz abgeänderter Versuchsbedingungen nicht, dieses Produkt wieder darzustellen. Die Möglichkeit, daß es sich um ein stereoisomeres Oxim handelt, wird dadurch ausgeschlossen, daß sich beide Oxime vom Schmp. 151° und 184° nicht ineinander umwandeln lassen. Wahrscheinlich liegt das Isomere des im Folgenden beschriebenen Isoxazols vor, zumal es wie dieses mit Eisenchlorid eine Blaufärbung gibt

hydrierung des Dioxims des 2.6-Dimethyl-3-aceto-chromons⁸⁾ und des Benzildioxims⁹⁾ verläuft; weitergehend hat sich unter dem Einfluß des Alkalis eine Verschiebung der Doppelbindung nach der einen (XI) oder anderen Richtung (XII) vollzogen.

Neben diesem Isoxdiazin wurde ein Isomeres gewonnen, das mit Essigsäure-anhydrid und Natriumacetat ein Diacetat lieferte, also zweifellos das zweite mögliche Isoxdiazin vorstellt. Welche der beiden Formeln XI und XII auf das eine und das andere Isomere zutrifft, läßt sich zur Zeit noch nicht festlegen. Doch spricht die Sodalöslichkeit des ersten für XII und die geringe Löslichkeit des zweiten in Natronlauge für XI.

Ob nun die Oximierung in neutraler und alkalischer Lösung auch bei anders substituierten Chromonen über Zwischenprodukte verläuft, kann mit dem gewonnenen Material noch nicht vorausgesagt werden. Deswegen sind wir dabei, diese Reaktionen auf andere Chromone zu übertragen.

Beschreibung der Versuche.

o-Kresol-Reihe.

Dioxim des 2-Acetylaceto-6-methyl-phenols.

I. Zu einer Lösung von 5 g 2-Acetylaceto-6-methyl-phenol in überschüssiger 2-n. Natronlauge fügt man eine wäßrige Lösung von 5 g Hydroxylamin-Chlorhydrat. Nach 24-stdg. Stehen in der Kälte macht man die fast farblos gewordene Flüssigkeit essigsauer und saugt das Dioxim ab, nachdem es aus der harzigen in die krystalline Konsistenz übergegangen ist. Aus verd. Methylalkohol erhält man mikrokrystalline, farblose Nadeln vom Schmp. 148—149° (unter schwacher Zersetzung). Ausbeute 5.5 g.

0.1457 g Sbst.: 0.3190 g CO₂, 0.0850 g H₂O. — 0.1226 g Sbst.: 13.8 ccm N (18°, 739.5 mm).

C₁₁H₁₄O₃N₂. Ber. C 59.4, H 6.4, N 12.6. Gef. C 59.7, H 6.5, N 12.5.

Kaum löslich in Schwerbenzin, löslich in Benzol, leicht löslich in Alkohol und Äther. Alkohol. Eisenchlorid-Lösung wird kornblumenblau gefärbt. 7-stdg. Erhitzen mit Wasser im Druckrohr verändert das Dioxim nicht.

II. Aus dem 2.8-Dimethyl-chromon gewinnt man nach der Vorschrift von Simonis¹⁰⁾ das Dioxim (mit Essig ansäuern!) in einer Ausbeute von 75%.

Oxim des 2.8-Dimethyl-chromons.

I. In die siedende Lösung von 20 ccm 2-n. Salzsäure und 10 ccm Alkohol trägt man 0.5 g des Dioxims des 2-Acetylaceto-6-methyl-phenols ein und kocht so lange weiter, bis sich die Lösung trübt. Nach dem Erkalten saugt man die analysenreinen, farblosen Nadeln vom Schmp. 145.5—146° ab. Ausbeute fast theoretisch.

0.1503 g Sbst.: 0.3836 g CO₂, 0.0780 g H₂O. — 0.1716 g Sbst.: 11.2 ccm N (14.5°, 755 mm).

C₁₁H₁₁O₂N. Ber. C 69.8, H 5.9, N 7.4. Gef. C 69.6, H 5.8, N 7.6.

Schwer löslich in Benzol, löslich in Alkohol und Äther. Alkohol. Eisenchlorid-Lösung wird nicht gefärbt. Kochende Natriumalkoholat-Lösung und heiße konz. Salzsäure im Druckrohr bleiben ohne Einwirkung. Erhitzen mit konz. Salzsäure im Druckrohr bei 200° führt Verkohlung herbei.

⁸⁾ siehe voranstehende Mitteilung.

⁹⁾ B. 21, 784 [1888].

¹⁰⁾ a. a. O.

II. Zu einer alkohol. Lösung von 1 Mol. 2.8-Dimethyl-4-thiochromon¹¹⁾ gibt man eine Lösung von 2 Mol. Hydroxylamin (aus Hydroxylamin-Sulfat und Bariumcarbonat) in wenig Wasser und erwärmt das Ganze etwa $\frac{1}{4}$ Stde. auf dem Wasserbade, wobei eine lebhaft Schwefelwasserstoff-Entwicklung beobachtet wird unter allmählicher Entfärbung der roten Lösung. Nach dem Erkalten und der Zugabe von Wasser und wenig Natronlauge filtriert man von dem Alkali-Unlöslichen und macht das Filtrat essigsauer. Nach einigem Stehen saugt man die Nadeln des Oxims des 2.8-Dimethyl-chromons ab. Ausbeute 35%.

III. Bei der analogen Einwirkung von Hydroxylamin auf eine alkoholisch-wässrige Lösung von 2.8-Dimethyl-chromon setzt sich nach dem Erkalten ein nicht erstarrendes, farbloses Öl ab, das erst beim Verreiben mit verd. Schwefelsäure fest wird und aus verd. Alkohol die Nadeln des Oxims vom Schmp. 145.5–146° liefert. Ausbeute etwa 70%.

α -[2-Oxy-3-methyl-phenyl]- γ -methyl-isoxazol.

I. Man erhitzt das Dioxim des 2-Acetylaceto-6-methyl-phenols so lange auf 150–160° (Schwefelsäure-Bad!), bis die lebhaft Blasenentwicklung aufgehört hat, und krystallisiert die erhaltene, braune Masse aus verd. Methylalkohol unter Zusatz von Tierkohle um. Flache, farblose Nadeln vom Schmp. 90.5–91°. Ausbeute 80%.

o.1339 g Sbst.: 0.3440 g CO₂, 0.0711 g H₂O. — 0.1187 g Sbst.: 7.9 ccm N (18°, 746 mm).

C₁₁H₁₁O₂N. Ber. C 69.8, H 5.9, N 7.4. Gef. C 70.1, H 5.9, N 7.5.

Schwer löslich in Schwerbenzin, leicht löslich in Benzol, Alkohol und Äther. In Natronlauge mit gelber Farbe löslich. Alkohol. Eisenchlorid-Lösung färbt sich kornblumenblau. Heiße konz. Lösungen von Alkali oder Säuren verändern das Isoxazol nicht.

II. Man suspendiert 3 g des Dioxims des 2-Acetylaceto-6-methyl-phenols in wenig absol. Alkohol und sättigt diesen mit trockenem Ammoniak, wobei eine klare Lösung entsteht. Nach 24-stdg. Stehen sind 0.8 g des Isoxazols auskrystallisiert. Aus der Mutterlauge erhält man nach dem Verdünnen mit Wasser und dem Ansäuern das Dioxim zurück. Die Ausbeute (30%) läßt sich durch längeres Stehen und erneutes Sättigen der Lösung mit Ammoniak nicht steigern (Gleichgewicht?).

III. Man löst 1 g des Dioxims des 2-Acetylaceto-6-methyl-phenols in möglichst wenig Methylalkohol, gibt zu dieser Lösung unter Kühlung 15–20 ccm 0.5-n. Salzsäure und läßt das Ganze 2–3 Tage stehen (Eisschrank!). Nach der Zugabe von Wasser saugt man das Reaktionsgemisch ab und verreibt es trocken mit wenig Benzol. Von dem ungelösten Oxim des 2.8-Dimethyl-chromons (0.4 g) saugt man ab und krystallisiert nach dem Eindunsten des Filtrates das Isoxazol (0.3 g) aus verd. Methylalkohol um.

p-Kresol-Reihe.

2-[α -Oximido- γ -oxamino- γ -oxy-acetylaceto]-4-methyl-phenol (IX).

I. Die Darstellung erfolgt nach der beim 2-Acetylaceto-6-methyl-phenol-dioxim angegebenen Vorschrift; nur säuert man hier die eiskühlte Lösung vorsichtig mit stark verd. Essig an. Von der zähen Masse

¹¹⁾ B. 47, 697 [1914].

gießt man die Flüssigkeit ab und wäscht unter Dekantieren mit Wasser nach. Durch Lösen in kaltem (!) Alkohol und Verdünnen mit Wasser reinigt man das Reaktionsprodukt. Ausbeute 80 %. Dünne, farblose Nadeln, die bei 70—73⁰ schmelzen¹²⁾, unter Wasserabgabe erstarren und dann den Schmelzpunkt des Dioxims bei 122⁰ zeigen.

0.1135 g Sbst.: 0.2291 g CO₂, 0.0673 g H₂O. — 0.1664 g Sbst.: 16.25 ccm N (10⁰, 744 mm).

C₁₁H₁₆O₄N₂. Ber. C 55.0, H 6.7, N 11.7. Gef. C 55.1, H 6.6, N 11.4.

Schwer löslich in Benzin, leicht löslich in den gebräuchlichen Medien. Löslich in verd. Salzsäure, aus der es nach sofortiger Zugabe von Natriumacetat-Lösung unverändert ausfällt. Alkohol. Eisenchlorid wird dunkelblau gefärbt.

II. Aus dem 2.6-Dimethyl-chromon gewinnt man das Oxaminoxim bei Einhaltung der gleichen Versuchsbedingungen.

III. Eine absol.-alkohol. Lösung des Dioxims des 2-Acetylaceto-4-methyl-phenols sättigt man mit Ammoniak und läßt die Flüssigkeit 1 Tag stehen. Nach dem Verdünnen mit Wasser und Ansäuern mit Essigsäure fallen die langen Nadeln des Oxaminoxims aus.

Dioxim des 2-Acetylaceto-4-methyl-phenols.

Erhitzt man das 2-[α -Oximido- γ -oxamino- γ -oxy-acetylaceto]-4-methyl-phenol etwa 1 Stde. auf dem Wasserbade, so erhält man beim Umkrystallisieren aus verd. Alkohol zu Kugeln verfilzte, farblose Nadeln, die bei 122—122.5⁰ unter schwacher Zersetzung schmelzen. Ausbeute fast theoretisch.

0.1350 g Sbst.: 0.2944 g CO₂, 0.0754 g H₂O. — 0.1645 g Sbst.: 17.95 ccm N (11.5⁰, 739 mm).

C₁₁H₁₄O₃N₂. Ber. C 59.4, H 6.4, N 12.6. Gef. C 59.5, H 6.3, N 12.6.

Löslichkeit wie beim oben beschriebenen Dioxim. Eisenchlorid-Lösung färbt sich wieder blau.

Oxim des 2.6-Dimethyl-chromons.

Überläßt man eine Lösung des 2-[α -Oximido- γ -oxamino- γ -oxy-acetylaceto]-4-methyl-phenols in 2-n. Salzsäure sich selber, so fällt im Laufe einer Stunde das Chromon-oxim aus. Erwärmen führt eine momentane Umwandlung herbei. Ausbeute quantitativ. Aus verd. Alkohol derbe, farblose Krystalle vom Schmp. 184—185⁰.

0.2224 g Sbst.: 14.65 ccm N (11⁰, 751 mm). — C₁₁H₁₁O₂N. Ber. N 7.4. Gef. N 7.7.

Löslichkeit und Verhalten entsprechend dem Oxim des 2.8-Dimethyl-chromons.

α -[2-Oxy-5-methyl-phenyl]- γ -methyl-isoxazol.

Man erhitzt das Dioxim des 2-Acetylaceto-4-methyl-phenols auf 150—160⁰ bis zum Aufhören der Blasenbildung und verreibt die erkaltete Masse mit wenig Benzol. Nach dem Absaugen von wenig 2.6-Dimethylchromon-oxim und dem Eindunsten des Filtrates krystallisiert man das Isoxazol aus verd. Methylalkohol unter Zusatz von Tierkohle um. Ausbeute 60%. Fläche, farblose Blättchen vom Schmp. 53—54⁰.

¹²⁾ nach dem Vorwärmen des Schwefelsäure-Bades auf etwa 68⁰.

19.820 mg Sbst.: 50.665 mg CO₂, 10.370 mg H₂O. — 6.405 mg Sbst.: 0.465 ccm N (20°, 723 mm).

C₁₁H₁₁O₂N. Ber. C 69.8, H 5.9, N 7.4. Gef. C 69.7, H 5.9, N 7.8.

Schwer löslich in Schwerbenzin, leicht löslich in den übrigen Solvenzien. Verhalten entsprechend dem oben beschriebenen Isoxazol.

5-[2'-Oxy-5'-methyl-phenyl]-3-methyl-1.2.6-isoxdiazin (XII).

4 g Dioxim des 2-Acetylaceto-4-methyl-phenols werden 6—7 Std. unter Rückfluß mit überschüssiger 2-n. Natronlange gekocht. Die erkaltete Lösung sättigt man mit Kohlendioxyd, wobei das Isomere XI ausfällt, von dem man abfiltriert. Aus dem Filtrat erhält man nach dem Ansäuern das Isoxdiazin (3 g), das aus Schwerbenzin fast farblose, derbe Krystalle vom Schmp. 168—169° (unter schwacher Zersetzung) liefert.

0.2165 g Sbst.: 0.5118 g CO₂, 0.1174 g H₂O. — 0.2152 g Sbst.: 27.2 ccm N (22°, 751 mm).

C₁₁H₁₂O₂N₂. Ber. C 64.7, H 5.9, N 13.7. Gef. C 64.5, H 6.1, N 14.0.

Kaum löslich in Schwerbenzin, löslich in Alkohol, Äther, leicht löslich in Aceton. Bemerkenswert die Löslichkeit in Soda. Eisenchlorid-Lösung wird olivgrün gefärbt.

Benzoat des 5-[2'-Oxy-5'-methyl-phenyl]-3-methyl-1.2.6-isoxdiazins.

Man schüttelt die alkalische Lösung des Isoxdiazins (XII) mit Benzoylchlorid und saugt das erstarrte Benzoat ab. Nach dem Umkrystallisieren aus verd. Alkohol gewinnt man ein farbloses, mikrokrystallines Krystallpulver vom Schmp. 123.5—124°.

0.0878 g Sbst.: 5.5 ccm N (16°, 747.5 mm). — C₂₅H₂₆O₄N₂. Ber. N 6.8. Gef. N 7.1.

Kaum löslich in Schwerbenzin, löslich in Benzol, Alkohol und Äther.

3-[2'-Oxy-5'-methyl-phenyl]-5-methyl-1.2.6-isoxdiazin (XI).

Die von der soda-alkalischen Lösung des Anhydro-dioxims abgesaugte Substanz (0.4 g) zeigt nach dem Umkrystallisieren aus verd. Alkohol lange, farblose Nadeln vom Schmp. 185—187° unter schwacher Zersetzung.

0.1480 g Sbst.: 0.3518 g CO₂, 0.0798 g H₂O. — 0.1067 g Sbst.: 13.6 ccm N (23, 746.5 mm).

C₁₁H₁₂O₂N₂. Ber. C 64.7, H 5.9, N 13.7. Gef. C 64.8, H 6.0, N 13.9.

Löslichkeit ähnlich der des Isomeren X. Eisenchlorid-Lösung wird nicht gefärbt. Löslich in warmen Säuren und Alkalien, aus denen es beim Abkühlen unverändert wieder herauskommt.

Diacetat des 3-[2'-Oxy-5'-methyl-phenyl]-5-methyl-1.2.6-isoxdiazins.

0.1 g des Isoxdiazins XI kocht man etwa 2 Min. mit 1 ccm Essigsäure-anhydrid und 0.1 g Natriumacetat und krystallisiert nach dem Zersetzen der Lösung mit Wasser das abgeschiedene Diacetat aus verd. Methylalkohol um. Farblose Nadeln vom Schmp. 155.5—156°. Ausbeute 0.1 g.

0.0847 g Sbst.: 0.1926 g CO₂, 0.0442 g H₂O. — 0.0698 g Sbst.: 6.35 ccm N (22°, 751 mm).

C₁₅H₁₆O₄N₂. Ber. C 62.5, H 5.6, N 9.7. Gef. C 62.0, H 5.8, N 10.1.

Kaum löslich in Schwerbenzin, löslich in Benzol, leicht löslich in Alkohol und Aceton.

Marburg, Chemisches Institut.