

375. Ernst Koenigs und Alfred Fulde: Über das 2-Methyl- β,γ -pyrindol.

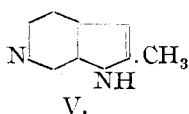
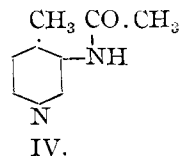
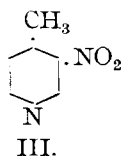
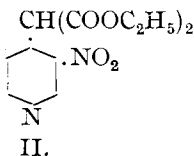
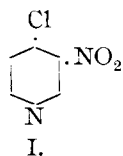
[Aus d. Chem. Institut d. Universität Breslau.]

(Eingegangen am 15. August 1927.)

Das anomale Verhalten der indigoiden Pyridin-Farbstoffe, die mit den entsprechenden Benzol-Abkömmlingen wenig Ähnlichkeit besitzen, veranlaßte uns, den Versuch zu machen, ein Pyrindol aufzubauen, um es mit dem Indol zu vergleichen. Auch wegen der Beziehung zu den Harmala-Alkaloiden besitzen die Pyrindole ja ein gewisses Interesse.

Wir sind ausgegangen von dem β -Nitro- γ -chlor-pyridin (I), welches der eine von uns gemeinsam mit Fr. K. Freter¹⁾ bereits früher dargestellt hat. Damals war es nicht gelungen, den Chlor-nitro-körper rein zu erhalten, jetzt haben wir ihn als salzsaures Salz leidlich rein gewinnen können. Die Beweglichkeit des Chloratoms in diesem Stoff ist noch viel größer, als sich seinerzeit an dem unreinen Material beobachten ließ. So ist es nicht möglich, durch Behandeln der alkoholischen Lösung des salzsauren Salzes mit Natriumäthylat die Base in Freiheit zu setzen; es wurde neben unverändertem Salz die Äthoxylverbindung isoliert. Durch mehrstündiges Kochen mit absol. Alkohol wurde aus dem Chlor-nitro-derivat glatt Oxy-nitro-pyridin gebildet.

Wir versuchten nun, das Nitro-chlor-pyridin mit Natrium-malonester umzusetzen; dies gelang uns erst nach mannigfachen Versuchen bei Anwendung des Dinatrium-malonesters. Wir konnten den β -Nitro- γ -pyridyl-malonester (II) nur als Öl erhalten. Er gab ein tiefrotes Natriumsalz, das sich wohl von der orthochinoiden *aci*-Form ableitet. Durch Kochen mit Salzsäure wurden die beiden Carbäthoxylgruppen abgespalten und so das β -Nitro- γ -methyl-pyridin (III) gewonnen. Dies ließ sich glatt zu dem entsprechenden Amin reduzieren. Zunächst versuchten wir mit Formalin zu dem Pyrindol oder seinem Dihydroderivat zu gelangen. Als wir keinen Erfolg hatten, wandten wir auf unser Amin die von Madelung²⁾ aufgefundene Methode an, bei welcher die *o*-Toluidine als Ausgangsmaterial dienen. Wir stellten das Acetylderivat unseresamins (IV) dar; durch Erhitzen mit Natriumäthylat auf 290° ließ sich daraus das 2-Methyl- β,γ -pyrindol (V) gewinnen.



Die Ausbeute war recht mäßig. Dies neue Pyrindol zeigt wenig Ähnlichkeit mit seinem Benzol-Analogen, dem 2-Methyl-indol. Es schmilzt bei 183°, ist geruchlos, nicht flüchtig mit Wasserdämpfen und zeigt weder die Fichtenspan-Reaktion, noch die Rotfärbung mit Nitrit.

Bei Zimmer-Temperatur entfärbt es soda-alkalische Permanganat-Lösung momentan. Wie schon aus dem Verhalten der verschiedenen Pyrindol-

¹⁾ E. Koenigs und K. Freter, B. **57**, 1187 [1924].

²⁾ W. Madelung, B. **45**, 1128 [1912].

Derivate gemutmaßt werden konnte, zeigt also auch das Methyl-pyrindol kaum Ähnlichkeit mit dem entsprechenden Indol-Derivat.

Beschreibung der Versuche.

β -Nitro- γ -chlor-pyridin (I).

Wir haben festgestellt, daß das β -Nitro- γ -oxy-pyridin, welches nach der Vorschrift von Fr. K. Freter und dem einen¹⁾ von uns dargestellt war, stets geringe Mengen von Dinitro-oxy-pyridin enthielt, die bei der Weiterverarbeitung störten. Wir haben 10 g salpetersaures γ -Oxy-pyridin (Schmp. 206⁰) in ein kaltes Nitriergemisch von 20 g roter, rauchender Salpetersäure ($d = 1.52$) und 15 g rauchender Schwefelsäure (70% Anhydrid) eingetragen und vorsichtig erwärmt. Nachdem die Hauptreaktion vorüber war, wurde noch 2 Std. bis zum gelinden Sieden erhitzt. So erhielten wir 5 g β -Nitro- γ -oxy-pyridin vom Schmp. 280—281⁰, das frei von dem Dinitroderivat war³⁾. Dies wurde in der von Koenigs und Freter angegebenen Weise chloriert, das Reaktionsprodukt aber nicht mit Alkohol behandelt, sondern mit dem doppelten Volumen Chloroform versetzt. Dabei fiel etwa die Hälfte des gebildeten salzsauren Nitro-chlor-pyridins aus, es wurde schnell abgesaugt. Das Filtrat wurde kalt mit wenig Alkohol, etwa der halben Gewichtsmenge des angewandten Nitro-oxy-pyridins, versetzt. Um eine heftige Reaktion zu vermeiden, wurde bei größeren Portionen der Alkohol noch mit dem doppelten Volumen Chloroform verdünnt. Auf den Zusatz des Alkohols schied sich bald eine weitere Menge des salzsauren Nitro-chlor-pyridins aus, die auch alsbald abgesaugt wurde. So wurde an Rohprodukt etwa dieselbe Gewichtsmenge wie die des angewandten Nitro-oxy-pyridins erhalten. Durch Umkrystallisieren aus ziemlich viel Essigester gewannen wir kleine Prismen vom Schmp. 156⁰.

Wegen der großen Zersetzlichkeit des Stoffes stimmen die Analysen nicht gut, lassen aber an der angegebenen Zusammensetzung des Stoffes keinen Zweifel.

0.1371 g Sbst.: 0.1577 g CO₂, 0.0318 g H₂O, 0.0480 g Cl. — 0.1504 g Sbst.: 18.8 ccm N (19⁰, 762 mm).

C₅H₃O₂N₂Cl, HCl. Ber. C 30.76, H 2.07, N 14.37, Cl 36.37.

Gef. „ 31.37, „ 2.60, „ 14.44, „ 35.01.

Das salzsaure β -Nitro- γ -chlor-pyridin ist sehr empfindlich gegen Feuchtigkeit, es zerfließt an der Luft zu einem braunen Öl. Wurde die Chlor-nitro-Verbindung in Wasser gelöst und wenige Minuten auf dem Wasserbade erwärmt, so schied sich nach dem Erkalten reichlich Oxy-nitro-pyridin ab. Dieselbe Zersetzung wird durch kochenden Alkohol bewirkt. Nach 6-stdg. Kochen mit 25 Th. absol. Alkohols hatte sich die Hauptmenge des salzsauren Nitro-chlor-pyridins in das Oxy-nitro-Derivat verwandelt.

Um die freie Base zu gewinnen, hatten wir eine kalt bereitete, alkohol. Lösung des salzsauren Nitro-chlor-pyridins mit der berechneten Menge Natriumalkoholat versetzt, von dem abgeschiedenen Kochsalz abfiltriert und im Vakuum eingedunstet. Der Rückstand bestand aus einem Gemenge von β -Nitro- γ -äthoxy-pyridin, unverändertem salzsaurem Nitro-chlor-pyridin und wenig Oxy-nitro-pyridin.

Dieser Befund veranlaßte uns, mit unserem reinen Chlorderivat die Darstellung des β -Nitro- γ -äthoxy-pyridins zu wiederholen, das Koenigs und Freter¹⁾ nur mit Schwierigkeiten erhalten hatten. 1 g salzsaures

³⁾ vergl. W. H. Crowe, Journ. chem. Soc. London **127**, 2028 [1925].

β -Nitro- γ -chlor-pyridin wurde mit 10 ccm kaltem Alkohol übergossen, und sofort eine Lösung von 0.24 g Natrium in 6 ccm Alkohol zugegeben. Das salzsaure Salz löste sich beim Umschütteln auf, während sich gleichzeitig Kochsalz abschied. Nach 1 Stde. wurde von dem letzteren abfiltriert, durch Einleiten von trockner Kohlensäure wenig überschüssiges Natriumalkoholat zersetzt und die filtrierte gelbe Lösung im Vakuum eingedunstet. Der Rückstand wurde durch Lösen in wenig Alkohol und Fällen mit Wasser gereinigt. So wurden 0.45 g reines β -Nitro- γ -äthoxy-pyridin vom Schmp. 49—50° erhalten.

β -Nitro- γ -pyridyl-malonester (II).

Zunächst haben wir 2 Mol. Natrium-malonester auf salzsaures β -Nitro- γ -chlor-pyridin in Toluol-Lösung einwirken lassen, aber ohne Erfolg. Darauf wandten wir in alkohol. Lösung 3 Mol. Natrium und 4 Mol. Malonester an. So erhielten wir zunächst in mäßiger Ausbeute den gesuchten Nitro-pyridyl-malonester als braunes Öl; plötzlich aber versagte die Methode, und wir erhielten stets einen gelben Stoff vom Schmp. 179° (C 49.5, H 4.6, N 18), dessen Konstitution wir nicht ermittelt haben.

Endlich kamen wir bei Verwendung von Dinatrium-malonester zum Ziele: 4.6 g Natrium wurden in 60 ccm absol. Alkohol gelöst und mit 16 g Malonester versetzt, worauf sich bald der Dinatrium-malonester in fester Form abschied. Die feste Masse wurde mit dem Glasstabe nach Möglichkeit zerkleinert und 10 g gepulvertes salzsaures Nitro-chlor-pyridin zugegeben. Bei kräftigem Umschütteln entstand eine tiefrote Lösung, die allmählich fein verteiltes Kochsalz abschied. Das Gemisch wurde 1 Stde. stehen gelassen, mit 200 ccm Äther versetzt und mit stark verdünnter, wäßriger Natronlauge durchgeschüttelt. Hierbei wurde der Nitro-pyridyl-malonester von der Natronlauge mit roter Farbe aufgenommen, während die ätherische Schicht gelb gefärbt blieb. Die wäßrige Schicht wurde vom Äther getrennt und vorsichtig mit Salzsäure versetzt, bis die Farbe nach gelb umschlug. Nun wurde wiederholt mit Äther ausgezogen. Die getrockneten, ätherischen Auszüge hinterließen nach dem Eindampfen den β -Nitro- γ -pyridyl-malonester als gelb-rotes Öl, das stets noch geringe Mengen Malonester enthielt.

Das Natriumsalz des Esters ließ sich leicht rein erhalten. Zu diesem Zweck wurde eine Probe in der doppelten Menge 2-n. Natronlauge gelöst; aus der tiefroten Flüssigkeit krystallisierte nach einigem Stehen ein roter Stoff aus, der abgenutscht, scharf getrocknet und dann durch Lösen in wenig Aceton und Fällen mit wasser-freiem Äther gereinigt wurde.

0.1312 g Sbst.: 0.0296 g Na_2SO_4 .

$\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{O}_6\text{N}_2\text{Na}$. Ber. Na 7.28. Gef. Na 7.30.

Das Natriumsalz des β -Nitro- γ -pyridyl-malonsäure-diäthylesters krystallisierte in kurzen Prismen oder Rhomboedern, die sich beim Erhitzen bei etwa 80° dunkel färbten und gegen 250° zersetzten. Das Salz ist leicht löslich in Wasser, Alkohol, Essigester und Aceton, unlöslich in Äther. Auch der aus dem reinen Natriumsalz isolierte Ester konnte nicht zur Krystallisation gebracht werden.

β -Nitro- γ -methyl-pyridin (III).

Der rohe β -Nitro- γ -pyridyl-malonester wurde mit etwa 6 Tln. 20-proz. Salzsäure 3 Stdn. auf dem Wasserbade erhitzt. Die zunächst gelbe Lösung färbte sich dabei tiefbraun. Sobald eine Probe derselben mit Natronlauge keine Rotfärbung mehr gab, wurde die Lösung auf dem Wasserbade

eingedampft. Es hinterblieb ein zähes dunkles Öl, das noch viel Salzsäure enthielt. Es wurde wiederholt mit Wasser aufgenommen und wieder auf dem Wasserbade zur Trockne gebracht, bis es teilweise krystallinisch erstarrte. Nun wurde mit Aceton verrieben und so Krystalle erhalten. Zur völligen Reinigung wurde der Stoff in heißem Alkohol gelöst und Ligroin bis zur beginnenden Trübung zugegeben; nach dem Erkalten schied er sich in schönen, farblosen, flachen Prismen vom Schmp. 178° ab. Auf diese Weise wurden aus 15 g salzsaurem Nitro-chlor-pyridin 6 g salzsaures Nitromethyl-pyridin erhalten.

0.1548 g Sbst.: 0.2354 g CO_2 , 0.0637 g H_2O , 0.0314 g Cl. — 0.1162 g Sbst.: 16 ccm N (20° , 754 mm).

$\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2\text{N}_2$, HCl. Ber. C 41.26, H 4.04, N 16.06, Cl 20.32.

Gef. „ 41.47, „ 4.60, „ 15.87, „ 20.28.

Das salzsaure β -Nitro- γ -methyl-pyridin ist leicht löslich in Wasser und Alkohol, unlöslich in Äther, Ligroin und Benzol.

Die freie Base ist anscheinend sehr hygroskopisch. Wurde das salzsaure Salz mit Alkali zersetzt, das abgeschiedene Öl mit Äther aufgenommen und die sorgfältig getrocknete, ätherische Lösung im Exsiccator eingedunstet, so hinterblieb ein farbloser, krystallisierter Rückstand, der aber bereits zerfloß, als Luft in den evakuierten Exsiccator eingelassen wurde.

Das Pikrat des β -Nitro- γ -methyl-pyridins wurde in Form schöner, goldgelber Blättchen vom Schmp. 118° erhalten.

0.1920 g Sbst.: 32.6 ccm N (24° , 747 mm).

$\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2\text{N}_2$, $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_2\text{N}_3$. Ber. N 19.08. Gef. N 19.11.

Das platinchlorwasserstoffsäure Salz bildete gelbe Nadeln, die bei 267° schmolzen.

0.0373 g Sbst.: 0.0106 g Pt. — $(\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2\text{N}_2)_2$, H_2PtCl_6 . Ber. Pt 28.45. Gef. Pt 28.42.

β -Amino- γ -methyl-pyridin.

In die Lösung von 5 g salzsaurem β -Nitro- γ -methyl-pyridin in 50 ccm konz. Salzsäure wurden langsam 19 g Zinnchlorür eingetragen, wobei sich die Flüssigkeit ziemlich stark erwärmte. Dann wurde noch 1 Stde. auf dem Wasserbade erhitzt; es schied sich hierbei allmählich ein krystallisiertes Zinndoppelsalz ab. Dies wurde nach dem Erkalten des Gemisches abfiltriert, in wenig Wasser suspendiert und unter Kühlen mit soviel Alkali versetzt, daß das ausgeschiedene Zindioxyd als Stannat wieder in Lösung ging. Die abgeschiedene, zum Teil ölige Base wurde mit Äther aufgenommen und die ätherische Lösung nach dem Trocknen eingedampft. Es hinterblieb eine weiße, krustige Masse, die durch Lösen in Benzol und Fällen mit Ligroin gereinigt wurde. Aus den Mutterlaugen des Zinndoppelsalzes ließ sich noch eine kleine Menge des Amino-methyl-pyridins gewinnen.

Ebenso glatt verlief die Reduktion des Nitrokörpers mit Schwefelammonium, wenn man in seine ammoniakalisch-alkoholische Lösung in der Wärme 1 Stde. lang Schwefelwasserstoff einleitete. Das Filtrat vom abgeschiedenen Schwefel wurde salzsauer gemacht, eingedampft und die Base mit Alkali in Freiheit gesetzt. Die Ausbeute betrug in beiden Fällen 80% der Theorie.

0.1136 g Sbst.: 0.2775 g CO_2 , 0.0746 g H_2O . — 0.1023 g Sbst.: 23.1 ccm N (21° , 756 mm).

$\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$. Ber. C 66.60, H 7.46, N 25.91. Gef. C 66.61, H 7.35, N 25.98.

Das β -Amino- γ -methyl-pyridin krystallisierte in langen, feinen Prismen, die bei 106° schmolzen. Es ist leicht löslich in Wasser, Alkohol,

Äther, Chloroform, Aceton und Benzol, unlöslich in Ligroin. Mit Wasserdämpfen ist es flüchtig; es siedet fast unzersetzt bei 254° und 735 mm.

Bei dem Abrauchen des β -Amino- γ -methyl-pyridins mit Salzsäure hinterblieb ein in langen Prismen krystallisierendes, hygroskopisches, salzsaures Salz vom Schmp. 180°.

Das platinchlorwasserstoffsäure β -Amino- γ -methyl-pyridin fiel auf Zusatz von Platinchlorid zu der salzsauren Lösung der Base in Form von kleinen, orangefarbenen Prismen aus, die bei 227° schmolzen.

0.0842 g Sbst.: 0.0262 g Pt. — $(C_6H_8N_2)_2, H_2PtCl_6$. Ber. Pt 31.18. Gef. Pt 31.12.

Das Pikrat krystallisierte in gelben, feinen Prismen, die nach 2-maligem Umkrystallisieren aus Alkohol bei 179—180° schmolzen.

0.1616 g Sbst.: 30.0 ccm N (20°, 731 mm).

$C_6H_8N_2, C_6H_3O_7N_3$. Ber. N 20.78. Gef. N 20.75.

Acetyl- β -amino- γ -methyl-pyridin (IV).

2 g β -Amino- γ -methyl-pyridin wurden in 100 ccm wasser-freiem Äther gelöst, zunächst 2 g fein gepulvertes Kaliumcarbonat und dann in der Wärme eine ätherische Lösung von 3 g Acetylchlorid zugegeben; alsbald schied sich eine gelbliche, voluminöse Masse ab. Nachdem das Gemisch noch $\frac{1}{2}$ Stde. auf dem Wasserbade erwärmt worden war, wurde der Äther verjagt und die zurückbleibende Masse mit einer Lösung von 2 g Kaliumcarbonat in 20 ccm Wasser versetzt. Unter Aufschäumen bildete sich ein weißer Brei, der mit Chloroform aufgenommen wurde. Nach dem Eindampfen der getrockneten Chloroform-Lösung hinterblieb eine gelbliche, ölige Masse, die alsbald erstarrte und durch wiederholtes Lösen in Aceton und Fällen mit Ligroin gereinigt wurde. So wurden feine, weiße Blättchen vom Schmp. 84° erhalten. Die Ausbeute betrug 1.6 g.

0.0826 g Sbst.: 0.1930 g CO_2 , 0.0514 g H_2O . — 0.1228 g Sbst.: 19.7 ccm N (20°, 751 mm).

$C_8H_{10}ON_2$. Ber. C 63.96, H 6.72, N 18.67. Gef. C 63.72, H 6.96, N 18.42.

Das Acetyl- β -amino- γ -methyl-pyridin löste sich leicht in Wasser, Alkohol, Aceton, Chloroform und Benzol, schwerer in Äther; in Ligroin war es unlöslich. Gegen Laugen ist es anscheinend sehr empfindlich.

Das Pikrat des Acetyl- β -amino- γ -methyl-pyridins bildete hellgelbe Prismen vom Schmp. 194°.

0.1188 g Sbst.: 19 ccm N (20°, 755 mm).

$C_8H_{10}ON_2, C_6H_3O_7N_3$. Ber. N 18.46. Gef. N 18.48.

Benzoyl- β -amino- γ -methyl-pyridin.

Die Benzoylverbindung wurde in derselben Weise wie die Acetylverbindung dargestellt, doch wurde so zunächst ein bei 124° schmelzendes benzoesaures Salz der Benzoylverbindung erhalten. Dies wurde in Benzol gelöst und mehrere Stunden mit verd. Natronlauge geschüttelt. Die so behandelte benzolische Lösung hinterließ beim Eindampfen eine weiße, krystallinische Substanz, die durch Lösen in Aceton und Fällen mit Ligroin gereinigt und über Chlorcalcium getrocknet wurde. Etwas bequemer geht die Benzoylierung in Benzol-Lösung; man schüttelt dieselbe nach beendeter Reaktion erst mit Kaliumcarbonat-Lösung und dann mit wäßriger Natronlauge. Die Ausbeute betrug 0.7 g.

0.0958 g Sbst.: 11.1 ccm N (20°, 746 mm). — 0.1338 g Sbst.: 0.3594 g CO_2 , 0.0726 g H_2O .

$C_{13}H_{12}ON_2$. Ber. C 73.55, H 5.71, N 13.20. Gef. C 73.26, H 6.07, N 13.22.

Das Benzoyl- β -amino- γ -methyl-pyridin krystallisierte in rhomboedrischen Tafeln, die bei 81° schmolzen. Es löste sich leicht in Alkohol, Aceton, Chloroform, Benzol und verd. Säuren; mäßig löslich war es in Wasser und Äther, unlöslich in Ligroin.

Das platinchlorwasserstoffsäure Salz wurde als fein krystallinisches, ockergelbes Pulver erhalten, das bei 240° schmolz.

0.1176 g Sbst.: 0.0272 g Pt. — $(C_{13}H_{12}ON_2)_2, H_2PtCl_6$. Ber. Pt 23.38. Gef. Pt 23.13.

Das Pikrat krystallisierte in langen, gelben Spießeln vom Schmp. 164° .

0.0583 g Sbst.: 8.1 ccm N (21° , 755 mm).

$C_{13}H_{12}ON_2, C_6H_3O_7N_3$. Ber. N 15.88. Gef. N 15.96.

2-Methyl- β , γ -pyrindol (V).

1 g Acetyl- β -amino- γ -methyl-pyridin wurde mit der gleichen Menge frisch dargestelltem Natriumäthylat innig verrieben und in einem Fraktionierkolben mit säbelförmiger Vorlage allmählich im Metallbade auf 290° erhitzt, während durch die Apparatur trockner Wasserstoff geleitet wurde. Die Masse sinterte zunächst zusammen und schäumte bei weiterem Erhitzen auf. Zuerst destillierte etwas Alkohol über, dann ziemlich viel von einem farblosen Öl, das bald erstarrte; es wurde als β -Amino- γ -methyl-pyridin identifiziert. Nachdem die Temperatur etwas 10 Min. bei 290° gehalten worden war, wurde erkalten gelassen und der Kolbeninhalt, eine dunkle, graue Masse, mit 3 ccm Wasser versetzt. Er löste sich zunächst unter Erwärmen auf und schied dann bald das gesuchte Pyrindol krystallinisch ab; durch Umkrystallisieren aus Wasser wurde es gereinigt. Die Ausbeute betrug etwa 0.2 g.

0.0912 g Sbst.: 16.9 ccm N (20° , 756 mm). — 0.0782 g Sbst.: 0.2078 g CO_2 , 0.0420 g H_2O .

$C_8H_8N_2$. Ber. C 72.67, H 6.10, N 21.21. Gef. C 72.47, H 6.01, N 21.42.

Zu einer Mol.-Gew.-Bestimmung nach Rast⁴⁾ wurden 0.0094 g Sbst. in 0.1402 g Campher gelöst, die Depression betrug 19° .

$C_8H_8N_2$. Ber. M.-G. 132. Gef. M.-G. 141.

Das 2-Methyl- β , γ -pyrindol krystallisierte in farblosen, langen Spießeln vom Schmp. 183° ; es ist leicht löslich in Alkohol, Aceton, Chloroform und verd. Säuren, mäßig löslich in Wasser, Äther, Benzol und Ligroin, unlöslich in starken Laugen. Es reagiert basisch, ist nicht flüchtig mit Wasserdämpfen, geruchlos und beständig gegen Salzsäure. Es gibt weder die Fichtenspan-Reaktion, noch die Rotfärbung der salpetersauren Lösung mit Nitrit. Es entfärbt Permanganat und Soda momentan.

Bei dem Abrauchen mit Salzsäure entstand ein in langen Nadeln krystallisierendes, salzsaures Salz vom Schmp. $225-226^{\circ}$.

Das platinchlorwasserstoffsäure Salz bildete ockerfarbene, kleine Prismen, die bei 221° schmolzen.

0.0910 g Sbst.: 0.0264 g Pt. — $(C_8H_8N_2)_2, H_2PtCl_6$. Ber. Pt 28.93. Gef. Pt 29.01.

Das Pikrat krystallisierte in orangefarbenen, büschelförmig angeordneten Nadeln vom Schmp. 193° .

0.0524 g Sbst.: 0.0900 g CO_2 , 0.0158 g H_2O .

$C_8H_8N_2, C_6H_3O_7N_3$. Ber. C 46.53, H 3.07. Gef. C 46.84, H 3.37.

⁴⁾ K. Rast, B. 55, 1051 und 3727 [1922].