

Mitteilung aus dem Chem. Institut der Universität Köln

Über Isatosäure-diazid

Von August Darapsky und Bernhard Gaudian¹⁾

(Eingegangen am 11. August 1936)

Vor einigen Jahren beschrieben Lindemann und Schultheis²⁾ das Phthalsäure-diazid (I). Sie gingen dabei, analog der Gewinnung von Zimtsäure-azid nach Forster³⁾, von symmetrischem Phthalyl-chlorid aus und setzten dieses mit Natrium-azid um. Gleichzeitig hatten auch wir, aber unter etwas anderen Bedingungen, dieselbe Reaktion näher untersucht: Während Lindemann und Schultheis unter starker Kühlung zu einer Lösung von symmetrischem Phthalyl-chlorid in Aceton eine wäßrige Lösung von Natriumazid zutropfen ließen, schüttelten wir bei Zimmertemperatur das gegen Wasser verhältnismäßig beständige Chlorid selbst mit der wäßrigen Natriumazid-lösung; dabei traten einerseits lebhaftere Stickstoffentwicklung, andererseits intensiver Geruch nach Stickstoffwasserstoffsäure auf. Aus dem anfangs klebrigen Produkt entstand schließlich ein fester Körper, der aus Alkohol in schönen, langen Nadeln vom Schmp. 101° krystallisierte und die empirische Formel $C_8H_5O_2N_7$ besaß. Bei der näheren Untersuchung erwies sich die so erhaltene Verbindung als Isatosäure-diazid (IV).

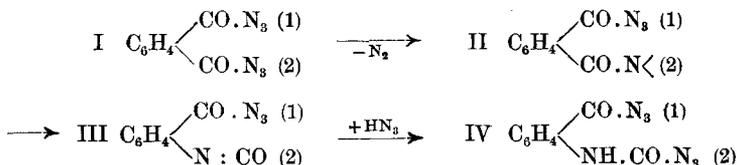
In welcher Weise kommt nun diese merkwürdige Bildung von Isatosäure-diazid aus symmetrischem Phthalyl-chlorid und Natriumazid zustande? Vermutlich entsteht auch hier zunächst in normaler Weise Phthalsäure-diazid (I), das aber sofort weiter

¹⁾ Vgl. Bernhard Gaudian, „Über Isatosäurediazid“. Inaug.-Diss. Köln 1928. Druck von Rob. Hesse & Co., Magdeburg. Experimentell abgeschlossen Ende Winter-Semester 1927/28.

²⁾ Ann. Chem. **464**, 240 (1928). Eingelaufen am 22. Mai 1928.

³⁾ Journ. chem. Soc., London **95**, 437 (1909).

1 Mol. Stickstoff verliert und unter halbseitiger Umlagerung des Restes (II) in Isocyanato-2-benzoylazid (III) übergeht. Gleichzeitig wird ein Teil des Phthalyl-chlorids durch das vorhandene Wasser verseift, und die so entstehende Phthalsäure und Salzsäure machen aus dem Natriumazid Stickstoffwasserstoffsäure frei; letztere lagert sich endlich an die Isocyanatogruppe an unter Bildung von Isatosäure-diazid (IV):



Daß eine derartige Anlagerung von Stickstoffwasserstoffsäure an Cyansäure selbst möglich ist, haben zuerst Hantzsch und Vagt¹⁾ gezeigt, die aus einer angesäuerten Lösung von Kaliumcyanat mit Stickstoffwasserstoffsäure Carbaminsäure-azid erhielten. Eine ähnliche Beobachtung machte später der eine von uns²⁾ bei der Zersetzung von Schleimsäure-diazid mit Alkohol. Hierbei entstand neben anderen Körpern, auf die nicht weiter eingegangen werden soll, gleichfalls Carbaminsäure-azid, dessen Bildung von Schroeter³⁾ dahin erklärt wurde, daß das Schleimsäure-diazid als α -Oxysäureazid Isocyansäure und als γ -Oxysäureazid gleichzeitig Stickstoffwasserstoffsäure abspaltet. Isocyansäure und Stickstoffwasserstoffsäure treten dann zu Carbaminsäure-azid zusammen:



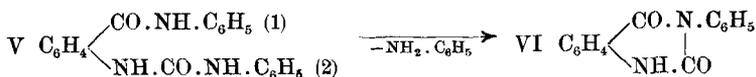
Daß der von uns auf obige Weise aus Natriumazid und symmetrischem Phthalylchlorid erhaltene Körper in der Tat das Azid der Isatosäure darstellt, wurde durch eine Reihe von Reaktionen und Umsetzungen mit Sicherheit festgestellt. So gab Isatosäure-diazid zunächst beim Kochen mit verdünnter Natronlauge und nachherigem Ansäuern Anthranilsäure und Stickstoffwasserstoff, indem die bei der Verseifung zunächst entstehende freie Isatosäure sofort Kohlendioxyd abspaltete.

¹⁾ Ann. Chem. **314**, 361 (1901).

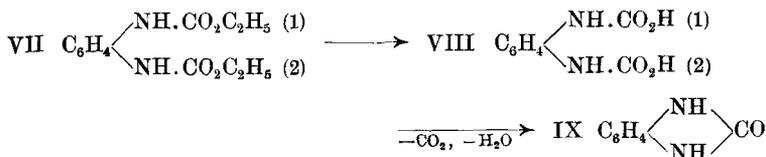
²⁾ Darapsky, dies. Journ. (2) **94**, 291 (1916).

³⁾ Dies. Journ. (2) **94**, 291 (1916).

Beim Erhitzen mit Anilin lieferte Isatosäure-diazid neben Stickstoffwasserstoffsäure das bisher noch nicht bekannte Isatosäure-dianilid (V). Dieses wird von Alkalien und verdünnten Säuren auch beim Kochen nicht verändert. Von konz. Schwefelsäure wird es nur sehr schwer und erst nach langem Stehen allmählich gespalten, dagegen verhältnismäßig leicht beim Erhitzen mit konz. Salzsäure im Rohr. Hierbei entsteht unter Austritt von 1 Mol. Anilin das auf anderen Wegen zuerst von Busch¹⁾ und später von Paal und Weil²⁾ sowie von Paal³⁾ dargestellte 3-Phenyl-2,4-diketo-tetrahydro-chinazolin (VI):



Beim Kochen von Isatosäure-diazid mit absolutem Alkohol entstand unter Entwicklung von Stickstoff und Stickstoffwasserstoff o-Phenylen-diurethan (VII), das zuerst von Snape⁴⁾ durch Erhitzen von o-Phenylen-diamin und Chlorameisensäure-äthylester erhalten wurde. Dieses Urethan wird, wie wir fanden, äußerst leicht, schon beim bloßen Erwärmen mit verdünnter Natronlauge bis zur Lösung, verseift; beim nachherigen Ansäuern mit Salzsäure verliert die wohl zunächst entstehende o-Phenylen-dicarbaminsäure (VIII) sofort Kohlendioxyd und Wasser und geht in o-Phenylen-harnstoff (IX) über.



o-Phenylen-harnstoff wurde auf anderem Wege zuerst von Rudolph⁵⁾ dargestellt durch Erhitzen von o-Amino-phenylurethan und später von Sandmeyer⁶⁾ aus Äthoxy-methenyl-o-phenylen-diamin durch Erhitzen mit konz. Salzsäure.

¹⁾ „Synthesen von Stickstoffkohlenstoffringen“, S. 83, Habilitat.-Schrift, Erlangen 1898.

²⁾ Ber. 27, 44 (1894).

³⁾ Ber. 27, 978 (1894).

⁴⁾ Journ. chem. Soc., London 49, 259 (1886).

⁵⁾ Ber. 12, 1296 (1879).

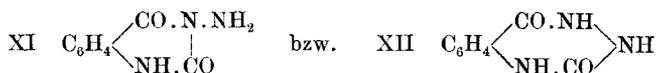
⁶⁾ Ber. 19, 2654 (1886).

Beim Erhitzen von Isatosäure-diazid mit Wasser bildete sich unter Entwicklung von Kohlendioxyd und Stickstoffwasserstoffsäure eine hochschmelzende, gut krystallisierende Verbindung. Da indessen hierbei, ähnlich wie bei der Zersetzung anderer Säureazide durch Wasser¹⁾, mehrmals äußerst heftige Explosionen eintraten, haben wir die Reaktion nicht weiter verfolgt.

Mit konz. Ammoniak lieferte Isatosäure-diazid o-Benzoylenharnstoff oder 2,4-Diketo-tetrahydro-chinazolin (X); die zwei Azidreste treten hierbei mit je einem Wasserstoffatom des Ammoniakmoleküls als Stickstoffwasserstoffsäure aus. o-Benzoylenharnstoff wurde auf anderen Wegen zuerst von Grieb²⁾ sowie später von Abt³⁾ und von Soederbaum und Wiedmann⁴⁾ dargestellt. Ähnlich wie Ammoniak wirkt auch Hydrazinhydrat auf Isatosäure-diazid ein; statt o-Benzoylenharnstoff entsteht hier 3-Amino-o-benzoylenharnstoff oder 3-Amino-2,4-diketo-tetrahydro-chinazolin (XI), das auf anderem Wege, durch Erhitzen von 2,4-Diketo-tetrahydro-chinazolin mit Hydrazinhydrat, bereits von Kunckell⁵⁾ erhalten wurde.



Der so aus Isatosäure-diazid und Hydrazinhydrat entstehenden Verbindung können a priori zwei Formeln (XI bzw. XII) zukommen:



Daß die von uns erhaltene Substanz entsprechend Formel XI in der Tat eine an ein Ringstickstoffatom gebundene freie Aminogruppe enthält, folgt mit Sicherheit aus ihrem Verhalten gegenüber salpetriger Säure; hierbei entsteht nämlich unter gleichzeitiger Entwicklung von Stickoxydul o-Benzoylenharnstoff (X).

¹⁾ Vgl. Curtius, dies. Journ. (2) **87**, 528 (1913).

²⁾ Ber. **2**, 415 (1869).

³⁾ Dies. Journ. (2) **39**, 141 (1889).

⁴⁾ Ber. **22**, 2939 (1889).

⁵⁾ Ber. **38**, 1212 (1905); **43**, 1021 (1910).

Beschreibung der Versuche

Isatosäure-diazid (IV)

4 g käufliches Natriumazid (Dr. F. Raschig) wurden in 25 ccm Wasser gelöst und 4 g symmetrisches Phthalyl-chlorid, das nach der Vorschrift von Ott¹⁾ dargestellt war, hinzugefügt. Das Ganze wurde in einer Flasche 4—5 Stunden auf der Maschine geschüttelt. Die Flasche war seitlich mit einem Tubus versehen, an dem ein Bunsensches Ventil angebracht war zum Abzug des während der Reaktion in reichlicher Menge sich entwickelnden Stickstoffs. Beim Schütteln bildeten sich zunächst weißliche, ölige Tröpfchen, die an der Wandung der Flasche hafteten. Nach einiger Zeit wurden diese zäher und erstarrten schließlich teils zu spitzen Körnern, teils zu Kugeln. Nach Beendigung der Reaktion wurde das weiße Produkt abgenutscht, mehrmals mit Wasser gewaschen und im Vakuumexsiccator getrocknet. Ausbeute: 3—4 g. Die Substanz wird am besten aus wenig warmem Alkohol umkrystallisiert; die so erhaltenen langen, weißen Nadeln zeigten den Schmp. 101°. Da die Verbindung aber schon beim Kochen mit Alkohol sich zu zersetzen beginnt, ist es zur Weiterverarbeitung besser, das Rohprodukt nur mit kaltem Alkohol zu waschen. Es verliert dabei die gelbliche Farbe und wird rein weiß. Beim Erhitzen auf dem Platinblech schmilzt der Körper zuerst und verpufft dann ziemlich heftig.

Zur nachstehenden Analyse diente ein aus Alkohol umkrystallisiertes Präparat:

0,1074 g Subst.: 41 ccm N (24°, 756 mm).

$C_8H_5O_2N_7$ (231) Ber. N 42,43 Gef. N 42,36.

Isatosäure-diazid ist leicht löslich in Äther, Methyl- und Äthylalkohol, etwas schwerer in Benzol und Chloroform, kaum in Benzin und Ligroin.

Verseifung. Isatosäure-diazid wurde mit verdünnter Natronlauge 3 Stunden erhitzt und die entstandene Lösung nach dem Erkalten mit verdünnter Schwefelsäure eben angesäuert. Es fiel ein weißer Körper aus, der aus heißem Wasser umkrystallisiert wurde. Schmp.: 145°. Die Substanz zeigte

¹⁾ Ann. Chem. 392, 274 (1912).

auch alle übrigen Eigenschaften der Anthranilsäure. Sie schmeckte süß, fluoreszierte in wäßriger und alkoholischer Lösung und gab mit Bleinitrat- und Silbernitratlösung Niederschläge.

Bei einem Versuche, Isatosäure-diazid in größeren Mengen herzustellen durch 12-stündiges Schütteln von 12 g symmetrischem Phthalyl-chlorid mit einer Lösung von 12 g Natriumazid in 100 ccm Wasser und Stehenlassen über Nacht, erhielten wir merkwürdigerweise einen anderen Körper, der bereits durch leichten Schlag und beim Erhitzen schon vor dem Schmelzen heftig explodierte. Beim Trocknen des Rohproduktes im Vakuum-exsiccator erfolgte ohne ersichtliche Ursache eine verheerende Explosion, bei der nicht nur der Exsiccator völlig zertrümmert wurde, sondern die umherfliegenden Glassplitter auch die Scheiben eines etwa 8 m entfernten Schrankes durchschlugen. Wahrscheinlich lag Phthalsäure-diazid (I) vor, das nach den Beobachtungen von Lindemann und Schultheis¹⁾ besonders in trockenem Zustande sehr zersetzlich und explosiv ist. Die Substanz wurde von uns wegen ihrer gefährlichen Eigenschaften nicht näher untersucht.

Isatosäure-dianilid (V)

2,3 g Isatosäure-diazid (10 M.M.) wurden mit 23 g frisch destilliertem Anilin am Steigrohr auf dem Wasserbad gelinde erwärmt. Die Substanz löste sich allmählich unter Bildung von Stickstoffwasserstoffsäure auf. Dann erstarrte die gelbe Lösung plötzlich zu einem dicken Brei. Zur Entfernung des überschüssigen Anilins wurde das Reaktionsgemisch mit Wasserdampf destilliert. Das entstandene Isatosäure-dianilid blieb dabei in grauweißen Warzen zurück. Die Substanz ist in Eisessig in der Hitze löslich, etwas schwerer in heißem Alkohol; in den anderen gebräuchlichen Lösungsmitteln ist sie unlöslich. Zur Reinigung rührt man das Rohprodukt am besten in der Kälte mit Eisessig an, wodurch es rein weiß wird, und krystallisiert dann noch aus heißem Alkohol um. Man erhält so kleine, filzige Nadeln vom Schmp. 222°. Ausbeute: 2—3 g.

0,1192 g Subst.: 0,3155 g CO₂, 0,0575 g H₂O. — 0,1468, 0,0824 g Subst.: 16,6 (23°, 756 mm), 9,2 (24°, 756 mm) ccm N.

¹⁾ Ann. Chem. 464, 240, 249 (1928).

$C_{20}H_{17}O_2N_3$ (331)	Ber. C 72,47	H 5,13	N 12,68
	Gef. „ 72,20	„ 5,39	„ 12,61, 12,40.

Spaltung. 10 g Isatosäure-dianilid (30 M.M.) wurden mit 25 ccm konz. Salzsäure 6 Stunden im Rohr auf 200—220° erhitzt. Beim Öffnen entwich ein Gas, das, in Barytwasser geleitet, nur einen geringen Niederschlag von Bariumcarbonat ergab. Aus der braunen Lösung hatten sich Krystalle abgeschieden. Diese wurden abgenutscht und aus heißem Alkohol umkrystallisiert. Die so erhaltenen farblosen Nadeln schmolzen bei 272°. Ausbeute: 5 g.

Aus dem salzsauren braunen Filtrat, in dem durch die Chlorkalkreaktion Anilin nachzuweisen war, fielen beim Einengen noch Spuren eines braunen Körpers aus, der aus Wasser unter Zusatz von Tierkohle umkrystallisiert wurde und danach farblose, glimmerähnliche Blättchen vom Schmelzpunkt über 280° bildete. Die Menge war zu einer näheren Untersuchung zu gering.

Obige Substanz vom Schmp. 272° erwies sich durch Analyse und Eigenschaften als identisch mit dem auf anderem Wege zuerst von Busch¹⁾ und später von Paal²⁾ dargestellten 3-Phenyl-2,4-diketo-tetrahydro-chinazolin (VI). Die Lösung in verdünnter Natronlauge schillerte blau-violett. Aus Eisessig krystallisierte die Substanz in Blättchen, die das von Paal³⁾ angegebene charakteristische Verhalten zeigten, indem sie beim Übergießen mit Alkohol in Nadeln zerfielen.

0,1596, 0,2496 g Subst :	0,4120, 0,6464 g CO ₂ ,	0,0668, 0,0972 g H ₂ O. —
0,2433, 0,2692 g Subst.:	25,8 (21°, 757 mm),	28,1 (20°, 766 mm) ccm N.
$C_{14}H_{10}O_2N_2$ (238)	Ber. C 70,58	H 4,23
	Gef. „ 70,63, 70,41	„ 4,35, 4,68
		N 11,76
		„ 11,96, 11,98.

o-Phenylen-diurethan (VII)

(Aus Isatosäure-diazid und Äthylalkohol)

4,6 g Isatosäure-diazid (20 M.M.) wurden mit 50 ccm absolutem Alkohol 3 Stunden auf dem Wasserbade am Rückflußkühler zuerst gelinde, später zum Sieden erhitzt. Nach Be-

¹⁾ „Synthesen von Stickstoffkohlenstoffringen“, Habilitat.-Schrift, S. 83, Erlangen 1893.

²⁾ Ber. 27, 44 (1894).

³⁾ Ber. 27, 978 (1894).

endigung der Stickstoffentwicklung wurde der größte Teil des Alkohols abdestilliert. Das Destillat roch stark nach Stickstoffwasserstoff und gab mit Silbernitratlösung einen weißen Niederschlag von Silberazid. Die eingeeengte alkoholische Lösung roch fruchtartig wie nach Stachelbeeren. Nach völligem Eindunsten hinterblieb eine sirupartige Masse, aus der nach längerem Stehen Nadeln krystallisierten. Zur Reinigung wurde das Produkt in heißem Ligroin gelöst, wobei Spuren eines darin unlöslichen Körpers zurückblieben. Aus der Ligroinlösung fielen beim Erkalten derbe, weiße Nadeln aus vom Schmp. 87—88°. Ausbeute: 3 g. Die erhaltene Substanz erwies sich als identisch mit dem auf anderem Wege schon vor längerer Zeit von Snape¹⁾ dargestellten *o*-Phenylen-diurethan.

0,1372, 0,1391 g Subst.: 0,2860, 0,2896 g CO₂, 0,0807, 0,0777 g H₂O. —
0,1880, 0,2093 g Subst.: 18 (21°, 756 mm), 20,4 (19°, 765 mm) ccm N.

C ₁₂ H ₁₆ O ₄ N ₂ (252)	Ber. C 57,10	H 6,39	N 11,11
	Gef. „ 56,85, 56,78	„ 6,58, 6,26	„ 10,92, 11,23.

Der in Ligroin unlösliche Körper ließ sich aus heißem Alkohol umkrystallisieren und schmolz danach bei 158° u. Zers. Zur näheren Untersuchung war die erhaltene Menge zu gering.

Spaltung. 2,5 g *o*-Phenylen-diurethan (10 M.M.) wurden mit 2-fach normaler Natronlauge bis zur Lösung erwärmt. Nach dem Erkalten wurde mit verdünnter Salzsäure angesäuert. Unter Entwicklung von Kohlendioxyd, das mit Barytwasser nachgewiesen wurde, fiel ein weißer Körper aus. Er wurde abgesaugt und aus heißem Wasser umkrystallisiert. Die so erhaltenen glänzenden Blättchen schmolzen über 300°. Ausbeute: ungefähr 1 g. Die Substanz war nach dem gefundenen hohen Schmelzpunkt und den übrigen Eigenschaften identisch mit dem auf anderem Wege zuerst von Rudolph²⁾ dargestellten *o*-Phenylen-harnstoff (IX) und zeigte auch bei der Analyse die erwartete Zusammensetzung.

0,1794 g Subst.: 0,4081 g CO₂, 0,0754 g H₂O. — 0,1208, 0,1090 g
Subst.: 22,1 (19°, 764 mm), 20 (20°, 755 mm) ccm N.

C ₇ H ₆ ON ₂ (134)	Ber. C 62,68	H 4,47	N 20,90
	Gef. „ 62,03	„ 4,7	„ 21,04, 20,76.

¹⁾ Journ. Chem. Soc., London 49, 259 (1886).

²⁾ Ber. 12, 1296 (1879).

2,4-Diketo-tetrahydro-chinazolin (X)

(Aus Isatosäure-diazid und Ammoniak)

1 g Azid wurde mit 30 ccm konz. Ammoniak unter öfterem Durchrühren mit einem Glasstabe und nach 1-stündigem Stehen auf dem Wasserbade bis zur Lösung erwärmt. Beim Erkalten fiel ein weißer Niederschlag aus. Er wurde abgesaugt und aus heißem Eisessig umkrystallisiert. Man erhielt so schmale, glänzende Blättchen. Schmelzpunkt: über 300°. Die Ausbeute an reiner Substanz betrug 0,4 g. Sehr schwer löslich in Alkohol, Äther und Wasser. Die verdünnte alkalische Lösung fluoreszierte bläulich. In Wasser gelöst, gab die Verbindung mit Silbernitrat einen weißen Niederschlag. Die Substanz zeigte alle Eigenschaften des auf anderem Wege zuerst von Griebel¹⁾ dargestellten o-Benzoylen-harnstoffs oder 2,4-Diketo-tetrahydro-chinazolins. Auch die Analyse gab auf diese Verbindung stimmende Werte.

0,1161 g Subst.: 0,2521 g CO₂, 0,0387 g H₂O. — 0,1232 g Subst.: 18,7 ccm N (18°, 758 mm).

C ₈ H ₆ O ₂ N ₂ (162)	Ber. C 59,26	H 3,76	N 17,29
	Gef. „ 59,22	„ 3,73	„ 17,40.

3-Amino-2,4-diketo-tetrahydro-chinazolin (XI)

(Aus Isatosäure-diazid und Hydrazin)

2,3 g Isatosäure-diazid (10 M. M.) wurden in 50 ccm Äther gelöst und mit 0,5 g Hydrazinhydrat vermischt. Die Lösung trübte sich zunächst, dann fiel ein weißer Niederschlag aus. Dieser wurde nach mehrstündigem Stehen abgesaugt und aus Alkohol umkrystallisiert. Die so erhaltenen weißen Nadeln schmolzen über 280°. Ausbeute: 1—1,5 g. Die Substanz ist leicht löslich in Eisessig, etwas schwerer in Alkohol und Wasser, kaum in Äther, Chloroform und Benzol. Sie ist ferner leicht löslich in verdünnter Natronlauge. Die alkalische Lösung fluoresziert blau-violett.

0,1325 g Subst.: 0,2620 g CO₂, 0,0446 g H₂O. — 0,0935 g Subst.: 19,7 ccm N (21°, 759 mm).

C ₈ H ₇ O ₂ N ₃ (177)	Ber. C 54,20	H 3,95	N 23,73
	Gef. „ 53,93	„ 3,76	„ 23,87.

¹⁾ Ber. 2, 415 (1869).

Die Verbindung wurde auf anderem Wege schon von Kunczell¹⁾ dargestellt, der einen Schmelzpunkt von 290–291° fand.

Benzalverbindung. 1 g 3-Amino-2,4-diketo-tetrahydrochinazolin wurde in einem halben Liter Wasser gelöst, mit verdünnter Salzsäure schwach angesäuert und 0,6 g Benzaldehyd hinzugefügt. Das Gemisch wurde unter öfterem Durchschütteln in einer verkorkten Flasche 6–8 Stunden stehen gelassen. Der weiße flockige Niederschlag wurde abgesaugt, mit Äther gewaschen und aus absolutem Alkohol umkrystallisiert. Die so erhaltenen weißen Nadeln schmolzen bei 245–246°. Auch diese Verbindung wurde bereits von Kunczell²⁾, aber durch Kochen der Komponenten in alkoholischer Lösung, dargestellt; nur fand Kunczell den Schmelzpunkt etwas niedriger, bei 240°.

0,1036 g Subst.: 14,3 ccm N (19°, 769 mm).'

$C_{13}H_{11}O_2N_3$ (265) Ber. N 15,84 Gef. N 15,98

Die Benzalverbindung wird unter Wasseraufnahme äußerst leicht wieder in die Komponenten gespalten; so erhielten wir schon beim Umkrystallisieren des Rohproduktes aus gewöhnlichem statt absolutem Alkohol unter Zerfall Amino-diketo-tetrahydrochinazolin zurück.

Einwirkung von salpetriger Säure. 1 g 3-Amino-2,4-diketo-tetrahydrochinazolin wurde in 30 ccm Eisessig gelöst, einige Stücke Eis zur Kühlung und darauf eine konz. wäßrige Lösung von 0,6 g Natriumnitrit allmählich hinzugegeben. Unter Gasentwicklung schied sich ein weißer Niederschlag aus. Das entweichende Gas ließ einen hineingehaltenen glimmenden Span aufflammen und erwies sich hierdurch als Stickoxydul. Der Niederschlag wurde abgesaugt und aus heißem Eisessig umkrystallisiert. Die so erhaltenen glänzenden Blättchen zeigten alle charakteristischen Eigenschaften des 2,4-Diketo-tetrahydrochinazolins (X). Schmelzpunkt über 300°. Die Substanz war sehr schwer löslich in Alkohol, Äther und Wasser. Die verdünnte alkalische Lösung fluoreszierte bläulich, die wäßrige Lösung endlich gab mit Silbernitrat einen weißen Niederschlag.

0,0864 g Subst.: 13,1 ccm N (18°, 769 mm).

$C_8H_6O_2N_2$ (162) Ber. N 17,29 Gef. N 17,62

¹⁾ Ber. 38, 1212 (1905); 43, 1021 (1910).

²⁾ Ber. 43, 1023 (1910).