

# Synthese von weiteren 1,2,4-Benzothiadiazin-1,1-dioxyd-derivaten

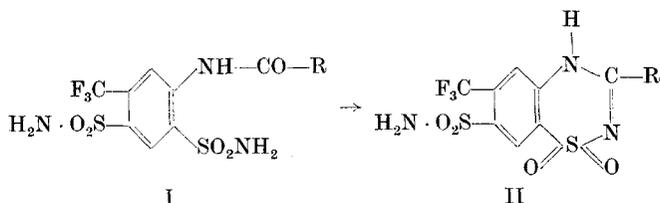
Von JOSEF KLOSA

## Inhaltsübersicht

Es wird die Synthese von 6-Trifluor-7-amino-sufonyl-1,2,4-benzothiadiazin-1,1-dioxyden, welche in 3-Stellung verschiedene Substituenten tragen, durch Acylierung von 5-Trifluormethylanilin-disulfonsäure-2,4-diamiden mit Carbonsäuren bei Gegenwart von Phosphoroxychlorid und nachfolgendem Ringschluß der entstandenen 5-Trifluormethylacylanilid-derivate mit Hilfe von konz. Schwefelsäure beschrieben.

In einer früheren Mitteilung<sup>1)</sup> haben wir eine neue Synthesemethode der Darstellung von in 3-Stellung verschiedenen substituierten 6-Chlor-7-aminosulfonyl-1,2,4-benzothiadiazin-1,1-dioxyden durch Acylierung von Carbonsäuren mit 5-Chloranilin-2,4-disulfonsäure-amid bei Gegenwart von Phosphoroxychlorid und nachfolgendem Ringschluß der erhaltenen 5-Chloracylanilinderivate mit Hilfe von konz. Schwefelsäure zu 1,2,4-Benzothiodiazin-1,1-dioxydderivaten beschrieben.

Diese Methode hatte sich allgemein anwendbar gezeigt und gestattet vor allem, eine große Zahl von entspr. Derivaten aufzubauen. Wir haben nun diese Methode auf die Darstellung von solchen Derivaten ausgedehnt, welche in der 6-Stellung eine Trifluormethylgruppe tragen, also:



R = Alkyl-, Aryl-, Halogenalkyl-, Alkylaryl- oder Pyridyl-Rest.

Einige wenige Derivate dieser Körperklasse sind von H. L. YALE, K. LOSEE und J. BERNSTEIN<sup>2)</sup> beschrieben worden. Hierbei erfolgte der Ringschluß von I- zu II-Derivaten mittels Essigsäureanhydrid, bzw. Propionsäureanhydrid, wobei zunächst die Acylsulfonamidderivate er-

<sup>1)</sup> J. KLOSA, J. prakt. Chem. [4] 18, 221 (1962).

<sup>2)</sup> H. L. YALE, K. LOSEE u. J. BERNSTEIN, J. Amer. chem. Soc., 82, 2042 (1960).

halten worden sind, in welchen auch die Sulfonamidogruppen acyliert waren. Durch Hydrolyse mit verd. Schwefelsäure wurden alsdann die II-Derivate erhalten.

Wir kondensierten 5-Trifluormethylanilin-disulfonsäure-2-,4-diamid bei Gegenwart von Phosphoroxchlorid mit folgenden Carbonsäuren: Essigsäure, Propionsäure, n-Buttersäure, iso-Buttersäure, iso-Valeriansäure, Caprylsäure, Chloressigsäure, Dichlor-, Trichlor-, Brom- und Dibromessigsäure,  $\alpha$ -Brompropionsäure,  $\alpha$ -Bromisovaleriansäure sowie Benzoesäure, p-Methoxybenzoesäure, p-Methylbenzoesäure, 3,4,5-Tri-methoxybenzoesäure, Phenylessigsäure, Diphenylessigsäure,  $\alpha$ -Phenyl- $\alpha$ -äthyl-essigsäure, schließlich Nikotinsäure, iso-Nicotinsäure und Pico-linsäure, und erhielten die entspr. I-Anilide(III-XXV). Diese Anilide geben überwiegend keine konstanten Schmelzpunkte, weil sie sich bereits bei Erhitzen auf Temperaturen über 200 °C in die hochschmelzenden II-Derivate durch Wasserabspaltung umwandeln.

Für III geben YALE und Mitarb.<sup>2)</sup> einen Schmelzpunkt von 234–236 °C an. Wir konnten die Schmelzpunkte nach unserer Methode nicht bestätigen, sondern III schmilzt bei 292–294 °C, deren Umsetzung mit konz. Schwefelsäure ergibt das erwartete Derivat XXV vom Schmp. 334–336 °C; ganz ähnlich gelagert sind die Verhältnisse bei IV und XII.

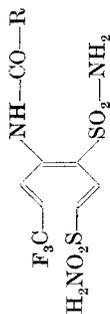
Hier ist es bemerkenswert, daß wir nach Angaben von YALE und Mitarb.<sup>2)</sup> XXVI mit Essigsäureanhydrid acylierten und auch ein acyliertes Produkt erhielten (XXVIa), welches um einige Grade höher schmolz. Deren Hydrolyse nach den Angaben von YALE ergab Übereinstimmung mit YALE die Verbindung XXVI in schönen farblosen Nadeln.

Die Kondensationen erfolgten in Mol-Verhältnissen bei einem Überschuß von Phosphoroxchlorid. Der Überschuß an Phosphoroxchlorid diente zur Herbeiführung eines leichter beweglichen Reaktionsgutes. Die Verwendung eines indifferenten Verdünnungsmittels, wie Benzol oder Toluol, hatte sich bei Arylcarbonsäuren, wie Alkylarylcarbonsäuren, als zweckmäßig erwiesen, um nicht umgesetzte Carbonsäuren aus den I-Derivaten herauszulösen, andererseits mußten zur Entfernung überschüssiger Carbonsäuren die Rohprodukte mit Natriumbicarbonatlösungen behandelt werden. Daraufhin erfolgte Umkristallisation aus verdünnten Alkoholen, zweckmäßig 60–80proz. Isopropylalkohol.

Die I-Derivate wurden (wobei Umkristallisation sich auch erübrigte) in die 3–6fache Menge konz. Schwefelsäure bei gewöhnlicher Temperatur eingetragen und 2–3 Stunden auf 60–80 °C erhitzt. Es entstand eine klare Lösung und bei XXI färbte sich das Reaktionsgut tief rot. Nach 3–6stündigem Stehenlassen des Reaktionsgutes – zweckmäßig über Nacht – wurde in Wasser gegossen, wobei die II-Derivate entweder

Tabelle I

5-Trifluormethyl-2,4-bis-amino-sulfonyl-acyl-anilide (IV-XXV)



Nr.	R	Summenformel	Mol.-Gew.	N-Analyse in % ber. gef.	Schmp. °C	Bemerkung
IV	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	375,2	11,19	312-314	aus 80proz. Isopropanol
V	-(n)-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	389,2	10,76	295-297	farblose Nadeln
VI	-(iso)C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	389,2	10,76	282-284	aus 60proz. Isopropanol
VII	-(iso)C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	403,3	10,41	208-210	graues Kristallmehl
VIII	-(n)C <sub>7</sub> H <sub>15</sub>	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	445,4	9,43	158-160	farblose, derbe Kristalle
IX	-CH <sub>2</sub> Cl	C <sub>8</sub> H <sub>9</sub> F <sub>3</sub> ClN <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	395,5	10,61	298-300	färbt sich ab 250°C braun
X	-CHCl <sub>2</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> F <sub>3</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	430,0	9,77	208-210	wird bei 220°C wieder fest, bei 296-298°C Zersetzung
XI	-CCl <sub>3</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>7</sub> F <sub>3</sub> Cl <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	464,4	9,04	228-230	wird bei 234°C fest und zersetzt sich bei 293-295°C
XII	-CH <sub>2</sub> Br	C <sub>8</sub> H <sub>9</sub> F <sub>3</sub> BrN <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	441,0	9,52	228-230	wird bei 250°C wieder fest
XIII	CHBr <sub>2</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> F <sub>3</sub> Br <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	521,0	8,06	220-222	ab 210°C braun, schmilzt unter Zersetzung
XIV	CHBrCH <sub>3</sub>	C <sub>10</sub> H <sub>11</sub> F <sub>3</sub> BrN <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	454,1	9,24	304-306	ab 250°C braun-gelb-Sinterung
XV	CHBrCH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>15</sub> F <sub>3</sub> BrN <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	482,2	8,71	128-130	farblose Nadeln
XVI		C <sub>14</sub> H <sub>12</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub> S <sub>2</sub>	423,3	9,92	250-252	wird bei 270°C wieder fest und zersetzt sich bei 328-330°C
XVII		C <sub>15</sub> H <sub>14</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>6</sub> S <sub>2</sub>	453,3	9,26	246-248	wird bei 26°C wieder fest und zersetzt sich bis 290°C

Tabelle 1 (Fortsetzung)

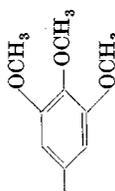
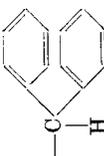
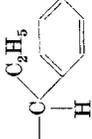
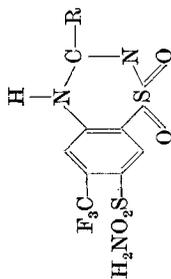
Nr.	R	Summenformel	Mol.-Gew.	N-Analyse in % ber.	gef.	Schmp. °C	Bemerkung
XVIII		$C_{17}H_{18}F_3N_3O_5S_2$	513,4	8,18	8,23	212—214	farblose derbe Kristalle
XIX		$C_{15}H_{14}F_3N_3O_5S_2$	437,3	9,60	9,75	165—167	farblose Nadeln, werden ab 250 °C braun
XX		$C_{15}H_{14}F_3N_3O_5S_2$	437,3	9,60	8,68	124—126	derbe farblose Kristalle in 80proz. Isopropanol
XXI		$C_{21}H_{18}F_3N_3O_5S_2$	513,4	8,18	8,09	228—230	schöne, lange, seidige Nadeln
XXII		$C_{17}H_{18}F_3N_3O_5S_2$	465,4	9,02	9,18	162—164	farbloses Kristallmehl
XXIII	$\alpha$ -Pyridyl	$C_{13}H_{11}F_3N_4O_5S_2$	424,3	12,72	12,64	158—160	farbloses Kristallmehl
XXIV	$\beta$ -Pyridyl	$C_{13}H_{11}F_3N_4O_5S_2$	424,3	12,72	12,88	226—228	derbe Nadeln
XXV	$\gamma$ -Pyridyl	$C_{13}H_{11}F_3N_4O_5S_2$	424,3	12,72	12,80	233—235	farblose Nadeln

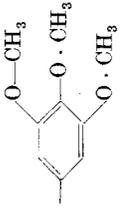
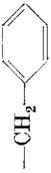
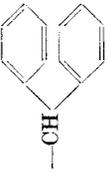
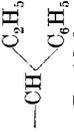
Tabelle 2

3-Substituierte-6-Trifluor-methyl-7-amino-2-sulfonyl-1,2,4-benzothiadiazin-1,1-dioxyde (XXVII—XLVIII)



Nr.	R	Summenformel	Mol.-Gew.	N-Analyse in % ber.	Schmp. °C	Bemerkung
XXVII	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	357,2	11,76	346—348	schmilzt unter Zersetzung
XXVIII	-(n)C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	371,2	11,31	318—320	farblose Nadeln
XXIX	-(iso)-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	371,2	11,31	296—298	farblose Nadeln
XXX	-(iso)-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	385,3	10,90	235—237	derbe Kristalle
XXXI	-(n)-C <sub>7</sub> H <sub>15</sub>	C <sub>13</sub> H <sub>20</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	427,4	9,83	203—205	Kristallpulver
XXXII	-CH <sub>2</sub> Cl	C <sub>9</sub> H <sub>7</sub> F <sub>3</sub> ClN <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	377,5	11,13	312—314	winzige farblose Nadeln
XXXIII	-CHCl <sub>2</sub>	C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> F <sub>3</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	412,0	10,19	306—308	farblose Nadeln
XXXIV	-CCl <sub>3</sub>	C <sub>9</sub> H <sub>5</sub> F <sub>3</sub> Cl <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	446,4	9,41	293—295	farblose Nadeln, färben sich bei 280 °C braun
XXXV	-CH <sub>2</sub> Br	C <sub>9</sub> H <sub>7</sub> F <sub>3</sub> BrN <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	423,0	9,93	292—294	ab 280 °C Dunkelfärbung
XXXVI	-CHBr <sub>2</sub>	C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> F <sub>3</sub> Br <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	503,0	8,35	258—260	farblose Nadeln
XXXVII	-CHBr-CH <sub>3</sub>	C <sub>10</sub> H <sub>8</sub> F <sub>3</sub> BrN <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	436,1	9,63	306—308	farblose Nadeln, schmelzen unter Zersetzung
XXXVIII	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ -\text{CHBr}-\text{CH} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	C <sub>12</sub> H <sub>13</sub> F <sub>3</sub> BrN <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	464,2	9,05	160—162	farblose Blättchen
XXXIX		C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	405,3	10,36	330—332	ab 250 °C Veränderung

Tabelle 2 (Fortsetzung)

Nr.	R	Summenformel	Mol.-Gew.	N-Analyse in % ber.	N-Analyse in % gef.	Schmp. °C	Bemerkung
XL		$C_{15}H_{12}F_3O_3S_2$	435,3	9,64	9,58	290–292	ab 210°C Veränderung
XLI		$C_{17}H_{16}F_3N_3O_4S_2$	495,4	8,47	8,61	228–230	farblose Würfel aus 80proz. Iso- propanol
XLII		$C_{13}H_{12}F_3N_3O_4S_2$	419,3	10,02	10,23	280–282	ab 220°C Dunkelfärbung
XLIII		$C_{15}H_{12}F_3N_3O_4S_2$	419,3	10,02	10,00	164–166	aus 80proz. Isopropanol
XLIV		$C_{21}H_{16}F_3N_3O_4S_2$	495,4	8,47	8,38	258–260	aus 80proz. Isopropanol, lange farblose Nadeln
XLV		$C_{17}H_{15}F_3N_3O_4S_2$	447,4	9,32	9,51	237–239	farbloses Kristallpulver
XLVI	$\alpha$ -Pyridyl	$C_{13}H_9F_3N_4O_4S_2$	406,3	13,78	13,91	302–304	Kristallmehl
XLVII	$\beta$ -Pyridyl	$C_{13}H_9F_3N_4O_4S_2$	406,3	13,78	13,88	334–336	ab 280°C Dunkelfärbung
XLVIII	$\gamma$ Pyridyl	$C_{13}H_9F_3N_4O_4S_2$	406,3	13,78	13,70	316–318	farblose Blättchen

sobald oder langsam, oft in schönen charakteristischen Kristallen, auskristallisierten. Bei den Nikotin- und iso-Nikotinsäure-derivaten mußte die Schwefelsäure mit Hilfe verd. Ammoniak abgestumpft werden, bevor Kristallisation eintrat.

Die erhaltenen II-Derivate ließen sich aus 50–80proz. Isopropanol umkristallisieren und kristallisierten in schönen charakteristischen Kristallen.

Die pharmakologische Überprüfung der neuen dargestellten Benzothiadiazin-dioxyde ergab, daß keine der Substanzen sich stärker diuretisch zeigte als das unsubstituierte hydrierte Hydrochlorthiazid.

### Beschreibung der Versuche

#### N-Acetyl-5-trifluormethyl-2,4-disulfonamido-anilin (III)

a) 6,4 g 5-Trifluormethyl-2,4-disulfonamido-anilin wurden mit 2 ml Essigsäure verrieben. Die feuchte Kristallmasse wurde mit 6 ml Phosphoroxychlorid verrührt; es entstand eine leicht bewegliche Suspension. Nun wurde unter Rühren auf 60–70°C erhöht. Die Masse verflüssigte sich noch mehr. Nach 10–15 Minuten setzte starke Chlorwasserstoffentwicklung ein, die Temperatur stieg rasch auf 90–110°C. Die Masse schäumte auf und erstarrte innerhalb weniger Sekunden zu einer harten Kristallmasse. Die Erwärmung wurde abgestellt und die Kristallmasse nach Erkalten mit 50 ml Wasser versetzt und aufgekocht. Nach Erkalten wurde abgesaugt, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Rohausbeute 6,7 g. Schmp. 286–288°C, färbt sich ab 240–245°C braun, aus 80proz. Isopropanol schöne, farblose Blättchen, Schmp. 292–294°C, färbt sich ab 250°C bräunlich.

Ausbeute etwa 7,2 g.

$C_9H_{10}F_3N_3O_5S_2$  (361,1) ber.: C 29,91; H 2,78; N 11,64;  
gef.: C 29,87; H 2,82; N 11,70.

b) 6,4 g 5-Trifluormethyl-2,4-disulfonamido-anilin werden in 30 ml Toluol suspendiert, 2 ml Eisessig zugefügt und die Suspension unter Rückfluß zum Sieden erhitzt. Tropfenweise werden innerhalb von 15 Minuten 6 ml Phosphoroxychlorid zugesetzt. Nachdem eine Stunde unter Rückfluß erhitzt wurde, wurde erkalten gelassen, Rückstand mit Wasser (30 ml) versetzt und auf dem Wasserbade aufgekocht. Aufarbeitung wie unter a). — Ausbeute 6,8 g.

Analog wurden die bereits genannten Carbonsäuren zur Umsetzung gebracht. Die Eigenschaften der I-Derivate sind in Tab. 1 angegeben. Sie sind löslich in heißen Alkoholen oder wäßrigen Alkoholen, unlöslich in Äther, Benzol, Toluol, in heißem Wasser nur wenig löslich, in kaltem Wasser praktisch unlöslich. Die Umkristallisation erfolgte aus 50–80proz. Alkoholen, wie Methanol, Äthanol oder Isopropanol. Die Ausbeuten betragen 75–90%.

#### 3-Methyl-6-trifluormethyl-7-aminosulfonyl-1,2,4-benzothiadiazin-1,1-dioxyd (XXVI)

a) 6 g III wurden portionsweise unter Rühren in 20–30 ml konz. Schwefelsäure eingetragen. Es entstand eine wasserklare Lösung, die nun 2–3 Stunden auf 60–70°C auf dem Wasserbade erwärmt wurde. Das farblose Reaktionsgut wurde über Nacht stehen gelassen und dann in 50 ml Wasser langsam unter Rühren eingetragen. Nach einigen Minuten kristallisierten farblose kurze Nadeln aus. Nach zwei Stunden langem Stehen wurde ab-

gesaugt und mit Wasser gewaschen. Roh-Ausbeute 5,2 g. Schmp. 324—326 °C, aus 80proz. Isopropanol Schmp. 334—336 °C.

$C_9H_8F_3N_3O_4S_2$  (343,1) ber.: C 31,49; H 2,36; N 12,24;  
gef.: C 31,42; H 2,39; N 11,37.

b) Das unter IIIa erhaltene kristalline feste Rohprodukt wurde sofort mit 30 ml konz. Schwefelsäure übergossen und 2—3 Stunden wie unter a) auf dem Wasserbade erhitzt. Aufarbeitung wie unter a). Ausbeute etwa 80%. Schmp. 333—335 °C.

Acetylderivat (XXVIa): 1 g XXVI wurden in 40 ml Essigsäureanhydrid 5 Stunden unter Rückfluß gekocht. Es löste sich alles auf. Nach Beendigung der Kochzeit wurde heiß filtriert. Beim Erkalten fielen schöne, farblose Nadeln aus. Roh-Schmp. 295—297 °C aus 80proz. Isopropanol 298—300 °C u. Zers. Ausbeute 1,1 gr.

$C_{11}H_{10}F_3N_3O_5S_2$  (385,2) ber.: C 34,27; H 2,61; N 10,93;  
gef.: C 34,32; H 2,65; N 10,90.

Hydrolyse: 1 g XXVIa wurden 20 Minuten in 200 ml Wasser gekocht. Die farblose Lösung wurde heiß filtriert. Aus dem Filtrat fielen große, farblose Nadeln aus. Roh-Schmp. 326—328 °C, aus 80proz. Isopropanol 332—334 °C. Ausbeute 0,6 g.

$C_9H_8F_3N_3O_4S_2$  (343,1) ber.: C 31,49; H 2,36; N 12,24;  
gef.: C 31,54; H 2,39; N 12,51.

Analog konnte XXVII mit Essigsäureanhydrid zu XXIIa vom Schmp. 296—298 °C acetyliert werden.

$C_{12}H_{12}F_3N_3O_5S_2$  (399,2) ber.: C 36,12; H 3,01; N 10,53;  
gef.: C 36,24; H 3,11; N 10,42.

Hydrolyse von XXVIIa führte unter Abspaltung der Acetylgruppe zu XXVII vom Schmp. 346—348 °C, farblose Nadeln.

Misch.-Schmp. ergaben keine Depressionen.

Propionyl-XXVI: 1 g XXVI wurden mit 30 ml Propionsäureanhydrid 6 Stunden unter Rückfluß gekocht. Nach Erkalten fielen farblose, winzige Nadeln aus, die aus 80proz. Isopropanol umkristallisiert bei 284—286 °C u. Zers. schmolzen. Ausbeute 0,9 g.

$C_{12}H_{12}F_3N_3O_5S_2$  (399,2) ber.: C 36,12; H 3,01; N 10,53;  
gef.: C 36,00; H 3,08; N 10,71.

Propionyl-XXVII: Analog aus XXVII und Propionsäureanhydrid, farbloses Kristallmehl aus 60proz. Isopropanol, Schmp. 280—282 °C.

$C_{13}H_{14}F_3N_3O_5S_2$  (413,3) ber.: C 37,18; H 3,36; N 10,19;  
gef.: C 37,30; H 3,51; N 10,24.

Aus beiden Propionylderivaten ließ sich die Propionylgruppe durch Kochen in verdünnte Schwefelsäure analog der Methode unter XXVIa abspalten, so daß XXVI bzw. XXVII erhalten wurden. Misch-Schmp. der durch Kondensation erhaltenen II-Derivate mit denjenigen, die nach dem Verfahren analog XXVI erhalten wurden, haben keine Depressionen.

Analog nach XXVI wurden XXVII—XLVIII in 70—80proz. Ausbeuten hergestellt. Die neuen dargestellten II-Derivate XXVII—XLVIII sind in kaltem Wasser unlöslich, schwer in heißem, besser in heißen Alkoholen. Sie lassen sich aus 50—80proz. Alkoholen gut umkristallisieren. In Äther, Benzol und Toluol unlöslich, gut löslich in Alkalien. Aus den alkalischen, wäßrigen Lösungen werden sie durch Zusatz von Mineralsäuren gefällt.

Berlin-Zehlendorf, Privatlabor.

Bei der Redaktion eingegangen am 24. April 1962.