

Über die Darstellung von Indeno-[1,2]-imidazolen und Versuche zu ihrer Dehydrierung¹⁾

VON HEINZ PAUL UND KARLHEINZ WALTER²⁾

Inhaltsübersicht

2-Amino-(3-alkyl, -aryl)-indanon-(1)-hydrochloride werden mit Kaliumthiocyanat zu 2-Mercapto-indeno-[1,2]-imidazolen umgesetzt, die sich mit RANEY-Nickel zu den Indeno-[1,2]-imidazolen entschwefeln lassen. Dehydrierungen der Indeno-imidazole sowie des Indano- ν -triazols führten nicht zu beständigen Benz-di-(tri)-azpentalenen.

Indeno-[3',2':2,3]-indole lassen sich nach G. KEMPTER, M. SCHWALBA, W. STOSS und K. WALTER³⁾⁴⁾ zu dunkelroten bis violetten „Azpentalenen“ dehydrieren, deren erster Vertreter von W. TREIBS⁵⁾ beschrieben wurde. Das Cyclopenteno-[b]-indol und das Indeno-[2,1:b]-pyrrol konnten von H. PAUL und A. WEISE⁶⁾ zu Benz-azpentalen-Salzen dehydriert werden.

Um Kenntnisse über weitere Vertreter des Azpentalensystems zu erlangen, in denen mehr als eine Methingruppe durch Stickstoff im gleichen Fünfring ersetzt ist, sollten Dehydrierungsversuche am Indeno-[1,2]-imidazol und am Indano-[1,2d]- ν -triazol geeignet sein und zu 4,5-Benz-1,3-diazpentalenen bzw. 4,5-Benz-1,2,3-triazpentalen führen.

1. Indeno-[1,2]-imidazole

Das von diesem System allein bekannte 2-Mercapto-Derivat synthetisier-
ten STELZNER und GABRIEL⁷⁾ durch Umsetzung von 2-Amino-indanon-(1)-

1) VII. Mitteilung über Bicyclo-[3,3,0]-octane; VI. Mitteilung: H. PAUL u. A. WEISE, Z. Chem. 4, 147 (1964).

2) KARLHEINZ WALTER, Diplomarbeit Berlin 1962, Humboldt-Universität.

3) G. KEMPTER, M. SCHWALBA, W. STOSS u. K. WALTER, Z. Chem. 2, 252 (1962).

4) G. KEMPTER, M. SCHWALBA, W. STOSS u. K. WALTER, J. prakt. Chem. [4] 18, 39 (1962).

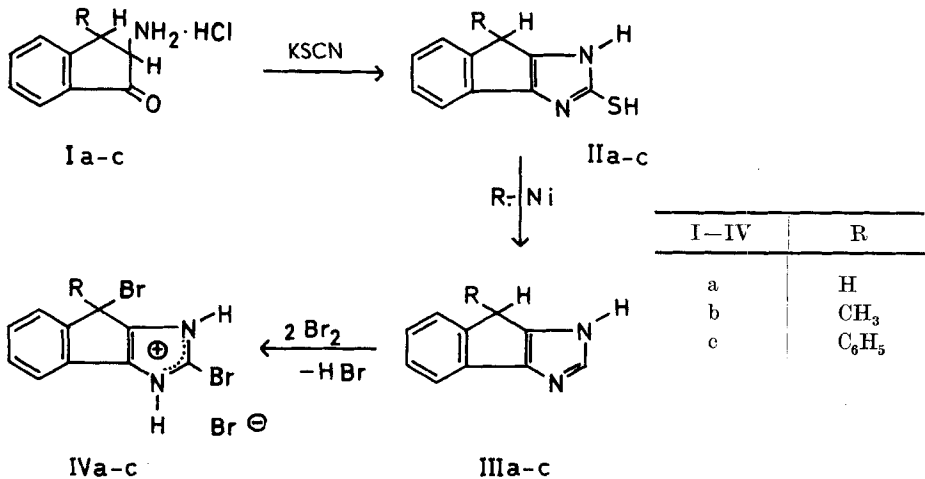
5) W. TREIBS, Naturwissenschaften 46, 170 (1959).

6) H. PAUL u. A. WEISE, Tetrahedron Letters 1963, 163.

7) R. STELZNER u. S. GABRIEL, Ber. dtsh. chem. Ges. 29, 2607 (1896).

hydrochlorid (Ia) mit Kaliumthiocyanat. Zu seiner Darstellung wurde von uns 2-Isonitrosoindanon-(1)⁷⁾ in Gegenwart von Palladiumtierkohle und Chlorwasserstoff hydriert⁸⁾, wobei eine Überhydrierung, wie sie von EBEL und DEUSCHEL⁹⁾ erwähnt wird, nicht beobachtet wurde. Reaktion mit Kaliumthiocyanat in wäßriger Lösung liefert das 2-Mercapto-indeno-[1,2]-imidazol (IIa), das mit Hilfe von RANEY-Nickel nach MOZINGO und WOLF¹⁰⁾ zum Grundkörper, dem Indeno-[1,2]-imidazol (IIIa), entschwefelt werden konnte. Die Entschwefelung gelang nur mit ganz frisch vorbereitetem RANEY-Nickel.

In gleicher Weise ließ sich das 2-Isonitroso-3-methyl-indanon¹¹⁾ zum 2-Amino-3-methyl-indanon-(1)-hydrochlorid (Ib) hydrieren, das zum 2-Mercapto-8-methyl-indeno-[1,2]-imidazol (IIb) umgesetzt wurde. Weiter hat sich aus dem nach ZAUGG und HORROM¹²⁾ durch katalytische Hydrierung von 2-Isonitroso-3-phenyl-indanon-(1)¹³⁾ zugänglichen 2-Amino-3-phenyl-indanon-(1)-hydrochlorid (Ic) auch das 2-Mercapto-8-phenyl-indeno-[1,2]-imidazol (IIc) gewinnen lassen. Die Entschwefelungen von IIb und IIc zum 3-Methyl- resp. 3-Phenyl-indeno-[1,2]-imidazol (IIIb, c) ließen sich glatt durchführen.



⁸⁾ N. LEVIN, B. E. GRAHAM u. H. G. KOLLOFF, *J. org. Chemistry* **9**, 380 (1944).

⁹⁾ F. EBEL u. W. DEUSCHEL, *Chem. Ber.* **89**, 2799 (1956).

¹⁰⁾ R. MOZINGO u. E. WOLF, *J. Amer. chem. Soc.* **65**, 1015 (1943).

¹¹⁾ J. v. BRAUN u. G. KIRSCHBAUM, *Ber. dtsch. chem. Ges.* **46**, 3045 (1913).

¹²⁾ H. E. ZAUGG u. B. W. HORROM, *J. Amer. chem. Soc.* **76**, 4488 (1954).

¹³⁾ C. F. KOELSCH, H. HOCHMANN u. C. D. LECLAIRE, *J. Amer. chem. Soc.* **65**, 59 (1943).

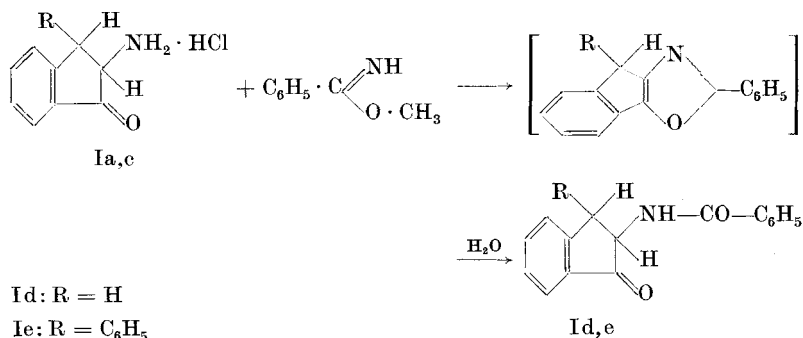
2. Über einige Versuche zur Darstellung von 2- bzw. 2,8-substituierten Indeno-[1,2]-imidazolen

Da man mit einem Einfluß der Substituenten auf das Dehydrierungsverhalten des Indeno-imidazolsystems rechnen darf, wollten wir auch in 2-Stellung substituierte Abkömmlinge in die Untersuchung einbeziehen.

Die Reaktion von 2-Brom-(2-Chlor)-indanon-(1)^{14,15)} mit Benzamidin in Chloroform in Anlehnung an die Methode von KUNCKELL¹⁶⁾ führte nicht zum Imidazol, sondern durch die Basizität des Amidins infolge von Halogenwasserstoffabspaltung unter Selbstkondensation zum 2-Brom-3-[indanon-(1)-yl-(2)]-indanon, das bereits von REVIS und KIPPING¹⁴⁾ aus dem Bromketon mit äthanolischer Kalilauge erhalten wurde, respektive dem nicht beschriebenen 2-Chlor-3-[indanon-(1)-yl-(2)]-indanon (V) neben nicht umgesetzten Ausgangsstoffen.

Die Imidazolsynthese nach HUANG und CORNFORTH¹⁷⁾, zu der wir die zwei Aminoindanon-hydrochloride Ia und Ic mit Benzimidäuremethylester in essigsaurer Lösung umsetzten, führte weder zu Oxazolen noch zu Imidazolen oder dem Gemisch beider. Aus Ia entstand so in guter Ausbeute das N-Benzoyl-2-amino-indanon-(1) (Id), das von E. CIORANESCU u. Mitarb.¹⁸⁾ auf anderem Wege dargestellt wurde. Völlig analog verlief diese Reaktion mit Ic zum N-Benzoyl-2-amino-3-phenyl-indanon-(1) (Ie). Id und Ie wurden durch die 2,4-Dinitrophenylhydrazone charakterisiert.

Der Verlauf dieser Reaktion ist durch die leicht erfolgende Hydrolyse intermediär auftretender Oxazole deutbar, die zu Id und Ie führt.



¹⁴⁾ C. REVIS u. F. ST. KIPPING, J. chem. Soc. [London] **71**, 243 (1897).

¹⁵⁾ CH. COURTOT, Fayet et Parant, C. R. hebd. Séances Acad. Sci. **186**, 372 (1928).

¹⁶⁾ F. KUNCKELL, Ber. deutsch. chem. Ges. **34**, 637 (1901).

¹⁷⁾ J. W. CORNFORTH u. R. H. CORNFORTH, J. chem. Soc. [London] **1947**, 96; J. W. CORNFORTH u. H. T. HUANG, J. chem. Soc. [London] **1948**, 731, (1960).

¹⁸⁾ E. CIORANESCU u. L. BUCHEN-BÎRLADEANU, Nachr. Akad. Wiss. UdSSR **1961**, 149.

Ein 4,5-Dihydroxy-2-phenyl-indeno-[1,2]-imidazol sollte nach DIELS und SCHLEICH¹⁹⁾ aus Indandion-(1.2) mit Benzamidin entstehen können; die Selbstkondensation des Diketons zum Dimeren verhindert die Reaktion. Die Tendenz der Dimerisierung ist beim 3-Phenyl-indandion-(1,2) nicht so ausgeprägt, es zeigt unter gleichen Bedingungen keine Umsetzung.

Beide Diketone verharzen unter den Bedingungen der Imidazolsynthese von JAPP und ROBINSON²⁰⁾ resp. WEIDENHAGEN u. a.²¹⁾²²⁾ vollständig, selbst wenn in essigsaurer, natriumacetathaltiger Lösung gearbeitet wird. Es gelang so nicht, 2- oder 2,8-substituierte Indeno-[1,2]-imidazole darzustellen.

3. Dehydrierungsversuche an Indeno-[1,2]-imidazolen und am Indano-*v*-triazol

Versuche, in Anlehnung an TREIBS²³⁾, der z. B. Benzo-cycloheptamethylen-imidazol zum 4,5-Benzo-1,3-diaz-azulen dehydrierte, durch Schwefelschmelze aus IIa—c und IIIa—c Abkömmlinge des 4,5-Benz-1,3-diazpentans zu erhalten, führten auch in Naphthalin als Lösungsmittel zur völligen Zersetzung. Bereits bei 175° stellt sich dabei lebhaftere Schwefelwasserstoff- und Ammoniakentwicklung ein. Weitere Versuche mit Dibenzylsulfid, Chloranil, Chloramin, Chloramin T, Eisen-III-chlorid, Diphenylpikrylhydrazyl, Triphenylphenoxy-radikal, Dichlordicyanobenzochinon oder auch Quecksilberacetat in Eisessig als Dehydrierungsreagenzien, führten zwar gelegentlich nach Chromatographie zu sehr geringen Mengen reinfarbiger (rot, blau), amorpher Produkte, deren Analysen auswiesen, daß Sauerstoff aufgenommen wurde und somit nicht die erwarteten Produkte vorliegen konnten.

Ein stabilisierender Einfluß von Substituenten in der 8-Stellung am Indeno-imidazolsystem hat sich nicht feststellen lassen. Um Versuche zur Dehydrohalogenierung von IIIa—c durchführen zu können, wurden die drei Indeno-imidazole in Tetrachlorkohlenstoff jeweils mit einem Mol Brom umgesetzt. Dabei wurden jedoch stets die Hydrobromide der 2,8-Dibromindeno-imidazole IVa—c neben Ausgangsprodukt erhalten, die sich mit Pyridin oder anderen tert. Basen nicht ohne Zersetzung dehydrohalogenieren ließen.

Jodierung von IIIa—c mit Jod in Methanol in Gegenwart von Kaliumacetat führte zu den 2-Jodderivaten, von denen nur das 2-Jod-8-phenyl-

¹⁹⁾ O. DIELS u. K. SCHLEICH, Ber. dtsch. chem. Ges. **49**, 1711 (1916).

²⁰⁾ F. R. JAPP u. H. H. ROBINSON, Ber. dtsch. chem. Ges. **15**, 1268 (1882).

²¹⁾ R. WEIDENHAGEN u. R. HERRMANN, Ber. dtsch. chem. Ges. **68**, 1953 (1935).

²²⁾ D. DAVIDSON, M. WEISS u. M. JELLING, J. org. Chemistry **2**, 319 (1937).

²³⁾ W. TREIBS, Naturwissenschaften **49**, 13 (1962).

indeno-[1,2]-imidazol (IV d) analysenrein erhalten werden konnte. Die Dehydrojodierungen mit Pyridin oder Chinolin führten zu Harzen.

Als Beweis für das Entstehen von IV d ist die Reaktion des 2-Mercapto-8-indeno-[1,2]-imidazols (II c) mit Jod anzusehen, wobei zwar ein Mol Jod verbraucht, aber eine jodfreie Verbindung, wahrscheinlich das Disulfid, erhalten wird.

In ähnlichen Beispielen wird bei der Jodierung von Imidazolen ebenfalls bevorzugt die 2-Stellung besetzt²⁴⁾.

Indano-*ν*-triazol, das nach RAPOPORT und NILSSON²⁵⁾ zugänglich ist, konnte von uns mit den bereits genannten Dehydrierungsverfahren ebenfalls nicht in definierte Substanzen überführt werden. Sowohl bei milder wie auch kräftiger Einwirkung der Reagenzien wurden niemals auffällige Färbungen wahrgenommen, wie sie für Abkömmlinge des Pentalens zu erwarten sind. Üblicherweise erfolgt unter Schwarzbraunfärbung völlige Verharzung.

Beschreibung der Versuche

2-Amino-3-methyl-indanon-(1)-hydrochlorid (Ib): Die Lösung von 112 g 2-Isonitroso-3-methyl-indanon-(1) in 1400 ml Äthanol, der 110 ml konz. Salzsäure zugefügt werden, wird in Gegenwart von 12 g 10proz. Palladiumkohle bei Normaldruck in einem Schüttelgefäß hydriert. Nach Verbrauch von 28 l Wasserstoff wurde vom wieder verwendbaren Katalysator abgesaugt, die rote Lösung auf 100 ml eingengt und nach Abkühlen Ib abgesaugt. Aus der Mutterlauge fällt durch Zusatz von Äther weiteres Hydrochlorid. Gesamtausbeute 92 g (72,5% d. Th.) eines schwach gelben Produktes. Nach Lösen in Äthanol und Zugabe von Äther kristallisiert Ib farblos aus, Schmp. 183°.

$C_{10}H_{12}ClNO$ (197,7) ber.: C 60,76; H 6,12; N 7,08;
gef.: C 60,52; H 6,08; N 6,94.

2-Amino-3-phenyl-indanon-(1)-hydrochlorid (Ic): Ic wird nach ZAUIG und HOBROM¹²⁾ in einer Ausbeute von 59% d. Th. erhalten.

2-Mercapto-indeno-[1,2]-imidazol (IIa), 2-Mercapto-8-methyl-indeno-[1,2]-imidazol (IIb), 2-Mercapto-8-phenyl-indeno-[1,2]-imidazol (IIc): 0,2 Mol des jeweiligen Aminoindanons Ia–Ic werden in 300–350 ml Wasser zusammen mit 0,2 Mol Kaliumthiocyanat in einem mit Rührer versehenen Kolben gelöst und 2–3 Stunden unter Rückfluß gekocht. Ausgefallenes Mercapto-indeno-imidazol wird abgesaugt, mit dem Rückstand des abgedampften Filtrates vereinigt und mit Wasser das Kaliumchlorid herausgewaschen. Das trockene, dunkelgefärbte Gemisch wird zweimal aus Eisessig umgelöst. IIa–IIc fallen dann analysenrein an.

Indeno-[1,2]-imidazol (IIIa): Zur Lösung von 6 g IIa in 800 ml Äthanol, die sich in einem geräumigen Kolben befindet, gibt man aus 50 g Legierung nach MOZINGO und WOLF¹⁰⁾ frisch bereitetes RANEY-Nickel. Die Reaktion setzt unter starkem Schäumen ein und wird durch dreistündiges Kochen unter Rückfluß zu Ende geführt. Nach Abfiltrieren

²⁴⁾ K. HOFMANN in A. WEISSBERGER, Imidazole and its Derivatives P. I, 111; Interscience Publishers, Inc., New York-London 1953.

²⁵⁾ H. RAPOPORT u. W. NILSSON, J. Amer. chem. Soc. **83**, 4262 (1961).

	Nr.	% d. Th.	Schmp.
$C_{10}H_8N_2S$ (188,3) ber.: C 63,80; H 4,29; N 14,88; S 17,04 gef.: C 63,60; H 4,21; N 14,61; S 16,68	IIa	34%	280° (Zers.)
$C_{11}H_{10}N_2S$ (202,3) ber.: C 65,34; H 4,95; N 13,86; S 15,85 gef.: C 65,54; H 5,17; N 13,79; S 15,41	IIb	40%	275–280° (Zers.)
$C_{16}H_{12}N_2S$ (264,3) ber.: C 72,73; H 4,55; N 10,61; S 12,13 gef.: C 72,79; H 4,83; N 11,03; S 11,84	IIc	43%	237–242° (Zers.)

des Nickels wird das Lösungsmittel abdestilliert und der ölige braune Rückstand in 30 ml 15proz. Salzsäure gelöst. Durch mehrmaliges Ausäthern mit je 20 ml Äther werden gefärbte Verunreinigungen entfernt und durch Zugabe kleiner Mengen von Natriumhydroxid zur salzsauren Lösung das pH 9–10 eingestellt. Beim Abkühlen fällt IIIa als flockiger, farbloser Niederschlag; Ausbeute 3,83 g (78% d. Th.). Nach dreimaligem Umkristallisieren aus Wasser Schmp. 168–169°.

$C_{10}H_8N_2$ (156,2) ber.: C 76,90; H 5,16; N 17,94;
gef.: C 76,98; H 5,16; N 18,27.

8-Methyl-indeno-[1,2]-imidazol (IIIb): Frisch vorbereitetes RANEY-Nickel¹⁰) aus 50 g Legierung wird in kleinen Anteilen zu einer warmen Lösung von 7 g IIb in 500 ml Äthanol gegeben und nach Abklingen der Wasserstoffentwicklung 3 Stunden unter Rückfluß gekocht. Der nach dem Abfiltrieren des RANEY-Nickels und Abdestillieren des Äthanol in 30 ml 15proz. Salzsäure gelöste Rückstand wird durch Ausäthern von farbigen Verunreinigungen gesäubert. Durch Zugabe von Natriumhydroxid zur salzsauren Lösung fällt IIIb nach dem Abkühlen beim pH 9–10 meist als grauweißes Harz, das auf Ton fest wird. Ausbeute 2,55 g (43,5% d. Th.), nach zweimaligem Umlösen aus Wasser Schmp. 154°, farblos, mikrokristallines Pulver.

$C_{11}H_{10}N_2$ (170,2) ber.: C 77,62; H 5,92; N 16,46;
gef.: C 77,47; H 5,97; N 16,39.

8-Phenyl-indeno-[1,2]-imidazol (IIIc): Die warme Lösung von 4 g IIc in 650 ml Äthanol wird mit frisch hergestelltem RANEY-Nickel aus 40 g Legierung versetzt und nach Abklingen der Wasserstoffentwicklung 3 Stunden unter Rückfluß gekocht. Nach Entfernen des Nickels und Abdestillieren des Lösungsmittels verbleibt graugrünes, grobkörniges IIIc in einer Ausbeute von 2,4 g (68,4% d. Th.). Zur Reinigung wird aus Äthanol durch Zugabe von Wasser das mikrokristalline IIIc ausgefällt; Schmp. 244–245°.

$C_{16}H_{12}N_2$ (232,3) ber.: C 82,73; H 5,21; N 12,06;
gef.: C 82,76; H 5,20; N 11,92.

2,8-Dibrom-indeno-[1,2]-imidazol-hydrobromid (IVa), 2,8-Dibrom-8-methyl-indeno-[1,2]-imidazol-hydrobromid (IVb), 2,8-Dibrom-8-phenyl-indeno-[1,2]-imidazol-hydrobromid (IVc): 0,5 g des jeweiligen Indeno-imidazols IIIa, IIIb oder IIIc wurden in 100 ml Tetrachlorkohlenstoff mit 5 g Brom 3 Stunden lang auf dem Wasserbad gekocht und anschließend das abgeschiedene Bromierungsprodukt IVa,

IV b bzw. IV c abgesaugt. IV a: Ausbeute 0,4 g, viermal mit Eisessig ausgekocht, farblose Kriställchen vom Schmp. 252° (Zers.).

$C_{10}H_8Br_2N_2 \cdot HBr$ (394,9) ber.: C 30,42; H 1,79; N 7,09; Br 60,7;
gef.: C 30,34; H 2,26; N 7,37; Br 60,9.

IV b: Ausbeute 0,4 g, aus Äthanol farblose Kriställchen vom Schmp. 271—274° (Zers.).

$C_{11}H_8Br_2N_2 \cdot HBr$ (408,95) ber.: C 32,30; H 2,22; N 6,85; Br 58,6;
gef.: C 32,38; H 2,43; N 6,85; Br —

IV c: Ausbeute 0,35 g, aus Eisessig farblose Kriställchen vom Schmp. 215° (Zers.).

$C_{16}H_{10}Br_2N_2 \cdot HBr$ (471,0) ber.: C 40,80; H 2,35; N 5,95; Br 50,9;
gef.: C 40,57; H 3,08; N 6,20; Br —

2-Jod-8-phenyl-indeno-[1,2]-imidazol (IV d): Zur siedenden Lösung von 1 g III c und 30 g Kaliumacetat in 30 ml Methanol wird nach und nach 1,1 g Jod in 40 ml Methanol gegeben, nach dem Verschwinden der braunen Färbung abgekühlt und in 500 ml Wasser eingegossen. IV d wird als blaßgelblicher Niederschlag abgesaugt, über Phosphor-pentoxid getrocknet, zur Reinigung wiederholt bei mäßiger Wärme in Benzol gelöst und mit Petroläther in farblosen Flocken ausgefällt. Ausbeute 1,2 g (77% d. Th.), Schmp. 166° (Zers.).

$C_{16}H_{11}JN_2$ (358,2) ber.: C 53,63; H 3,07; N 7,82;
gef.: C 54,72; H 3,64; N 7,66.

2-Chlor-3-[indanon-(1)-yl-(2)]-indanon (V): Eine getrocknete Lösung von Benzamidin, die aus 20 g des Hydrochlorides in 30 ml Chloroform durch Freisetzen mit Alkalilauge hergestellt wird, wurde mit 11 g 2-Chlorindanon am Wasserbad im Sieden gehalten, wobei sich kräftig Ammoniak entwickelte. Nach Entfernen des Lösungsmittels ließ sich aus dem Rückstand nur V isolieren, das nach zweimaligem Umlösen aus Äthanol in farblosen Kriställchen anfiel, Schmp. 159°, Ausbeute 1,0 g.

$C_{18}H_{13}ClO_2$ (296,7) ber.: C 72,86; H 4,42;
gef.: C 72,69; H 4,61.

2-[Benzoylamino]-indanon-(1) (Id)¹⁸: 5 g Ia werden bei 100° in 10 ml Eisessig gelöst und bei dieser Temperatur während einer Minute unter Schütteln mit 3,75 ml Benzimid säuremethylester versetzt. Unter Aufschäumen und Rotfärbung fällt ein gelbes Kristallinat. Nach Erkalten wird in 150 ml Wasser gegossen und der Niederschlag abgesaugt, mit wenig Wasser gewaschen, getrocknet und aus Äthanol umkristallisiert. Nach viermaligem Umlösen farblose Kriställchen Id, Schmp. 189° (Lit.¹⁸): Schmp. 190°, Ausbeute 4,3 g (63% d. Th.).

$C_{16}H_{13}NO_2$ (251,3) ber.: C 76,47; H 5,22; N 5,57;
gef.: C 76,58; H 5,37; N 5,51.
Mol.-Gew. 254, nach RAST.

{2-[Benzoylamino]-indanon-(1)}-2,4-dinitrophenylhydrazon (Id/l): Aus äthanolischer Lösung von Id fällt mit schwefelsaurer, äthanolischer 2,4-Dinitrophenylhydrazinlösung Id/l, das aus Äthanol zu hellroten, feinen Kriställchen vom Schmp. 240° (Zers.) umgelöst wird.

$C_{22}H_{17}N_5O_5$ (431,4) ber.: C 61,25; H 3,97; N 16,24;
gef.: C 60,94; H 4,09; N 16,31.

2-[Benzoylamino]-3-phenyl-indanon-(1) (Ie): Zur Mischung von 7 g Ie in 12 ml Eisessig werden bei 100° unter Schütteln 3,75 ml Benzimid säuremethylester zugefügt, wobei unter Aufschäumen und Rotfärbung ein kristalliner Niederschlag ausfällt. Nach Abkühlen und Zugabe von 150 ml Wasser wurde das braune Rohprodukt abgesaugt, auf Ton abgedrückt und nach dem Trocknen aus Benzol mit Petroläther gefällt. Nach zweimaliger Wiederholung erhält man Ie in farblosen Kriställchen, Schmp. 164–165°, Ausbeute 3,6 g (41% d. Th.).

$C_{22}H_{17}NO_2$ (327,4) ber.: C 80,71; H 5,23; N 4,28;
gef.: C 80,81; H 5,34; N 4,52.

{2-[Benzoylamino]-3-phenyl-indanon-(1)}-2,4-dinitrophenylhydrazon (Ie/l): Beim Versetzen einer äthanolischen Lösung von Ie mit einer schwefelsauren, äthanolischen 2,4-Dinitrophenylhydrazinlösung fällt Ie/l in gelben Mikrokristallen; aus Äthanol Schmp. 223–225° (Zers.).

$C_{28}H_{21}N_5O_5$ (507,5) ber.: C 66,26; H 4,17; N 13,80;
gef.: C 66,43; H 4,09; N 13,91.

Berlin, II. Chemisches Institut der Humboldt-Universität zu Berlin.

Bei der Redaktion eingegangen am 14. Mai 1964.