

Zur Kenntnis der Hydrazone und Azine

II. Teil

Kondensationsprodukte von aromatischen Ketohydrazonen mit Orthochinonen

Von

Otto Gerhardt

Aus dem chemischen Laboratorium der Hochschule für Bodenkultur

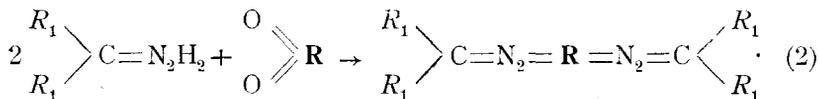
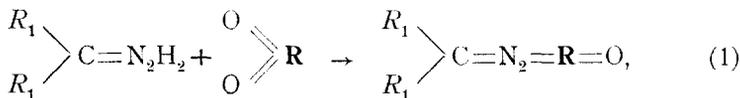
(Vorgelegt in der Sitzung am 21. April 1921)

Wie in dem ersten Teile dieser Mitteilungen (M. 41, 205 ff.) gezeigt werden konnte, bestehen bei Ketazinen keine strengen Gesetzmäßigkeiten zwischen Farbe und Konstitution; es erweist sich somit die aus rein praktischen Gründen getroffene Einteilung der Chromophore (Kauffmann, B. 40, 2341) in selbständige und unselbständige bei den Ketazinen als insofern richtig, als sich, wie beim Fluorenonketazin, durch Einführung einer auxochromen Gruppe in das ohnehin tiefgefärbte Molekül des Chromogens bloß unbedeutende Farbvertiefung, nicht aber Farbstoffbildung, wie eigentlich zu erwarten stand, konstatieren ließ.

Eine solche war aber bei Kombination der Azomethylen-gruppe >C=N= mit chinoiden Kernen vorauszusehen, zumindest aber eine bedeutende Farbvertiefung gegenüber den Komponenten. Gleichzeitig aber konnte hier die Einwirkung von Chinonen auf Hydrazone studiert werden, eine Reaktion, die bisher kaum untersucht worden war.

Bloß Wieland (Ann. 381, 231) erwähnt, daß Parabenzochinon ebenso wie Jod Fluorenonhydrazone zum Ketazin oxydiert. Neben

dieser rein oxydierenden Wirkung der Chinone ließ sich aber auch Kondensation voraussehen:

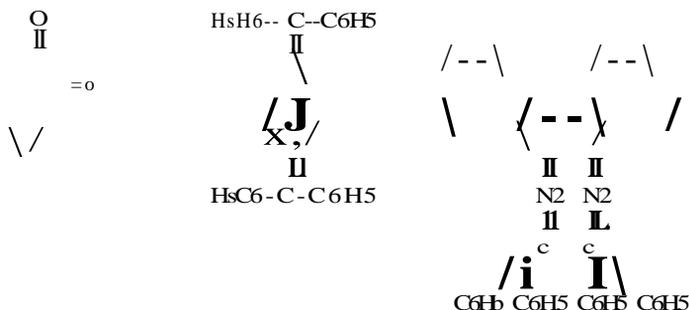


Inwieweit nun wirklich beim Zusammenbringen von Chinonen mit Hydrazonen Kondensation und nicht Oxydation eintrat, hing in erster Linie von der Natur des angewandten Chinons ab; von Parachinonen war allerdings von vornherein mehr Oxydationswirkung und diese abgestuft nach der Anzahl der vorhandenen Kerne zu erwarten. In der Tat zeigte sich einmal bei den folgenden Versuchen zunächst, daß bei *p*-Benzochinon- und α -Naphtochinon die Oxydationswirkung bei weitem überwiegt, denn bei der Reaktion mit Benzophenon-, beziehungsweise Fluorenonydrazon entstanden neben viel Harzen hauptsächlich die entsprechenden Ketazine, nur in geringer Menge aber ein sehr schwierig entwirrbares Gemenge mehrerer Körper, die zum Teil ganz farblos, keinen Anlaß zu eingehender Untersuchung boten, da ihr Auftreten ja bloß den Beweis für einen anderen Verlauf der Reaktion als den gewollten erbrachte. Anthrachinon, dem seiner Schwerlöslichkeit halber ohnehin eine Ausnahmestellung unter den Chinonen zukommt, reagierte überhaupt nicht, auch nicht mit Acetonhydrazon.

Orthochinone, die im allgemeinen mehr den Charakter von Orthodiketonen zeigen, versprochen nach den an Parachinonen gemachten Erfahrungen bessere Ergebnisse; aber auch hier verschmierten die zunächst angewandten niedrigsten Glieder *o*-Benzochinon und β -Naphtochinon beim Zusammenbringen mit aromatischen Ketohydrazonen. Erst Phenanthrenchinon reagierte glatt in ziemlich guter Ausbeute mit Benzophenon- und Fluorenonydrazon und ergab zwei tiefgefärbte Körper, die entsprechend dem in Gleichung (1) formulierten Kondensationsprodukte konstituiert waren.

2 Moleküle Hydrazon an einen Chinonkomplex zu ketten, war in keinem der untersuchten Fälle möglich; eine Kondensation nach Gleichung (2) ist somit undurchführbar. Diese Tatsache läßt sich nur durch Annahme einer sterischen Hinderung beim zweiten Chinoncarbonylsauerstoff erklären, denn das Dioxim des Phenanthrenchinons ist bekannt, ebenso das Dioxim und auch das Dihydrazon des Acenaphthenchinons (Berend, Journ. f. prakt. Chemie (2), 20, 192). Zieht man nämlich in Betracht, daß bei Orthochinonen die beiden Sauerstoffatome bedeutend näher aneinandergerückt sind als in den Parachinonen, so erscheint es plausibel, daß bei ihnen Verbindungen, wie

Chinondianile, mehrfach phenylierte Chinodimet-hane und schließ-
lich Kondensationsprodukte nach Gleichung (2) nicht entstehen
können:



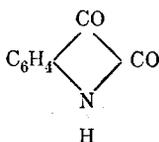
Wie schon oben erwähnt, wurden aus Phenanthrenchiron und Benzophenon, beziehungsweise Fluorenzhydrazon die entsprechenden Kondensationsprodukte nach Gleichung (1) erhalten: beide sind tiefgefärbt, das eine dunkelrot, das andere braunviolett und entsprechen somit den bezüglich ihrer Eigenfarbe gehegten Erwartungen. Auch die an ihnen konstatierte Beständigkeit steht mit den von vornherein angenommenen Eigenschaften im Einklang. Wie aus nachfolgender Tabelle ersichtlich ist, wurden noch di-
analoge Produkte aus Acenaphtenchinon, Isatin, Thionaphtenchinon und Kampferchinon mit Benzol-, beziehungsweise Fluorenhydrazon dargestellt.

Sämtliche neuen Körper entstehen beim Erwärmen molekularer Mengen der Komponenten in trockenen Benzotkohlenwasserstoff bis zum Sieden unter Erzielung ziemlich guter Ausbeute; bloß Kampferchinon erfordert Erhitzen unter Druck im Einschlußrohr und ergibt fernerhin auch Kondensationsprodukte; die hieher gefärbt sind als das kräftig zitronengelbe Ausgangsmaterial. Für die ganze Reihe sei an dieser Stelle die Bezeichnung „Chinoketazine“ in Vorschlag gebracht; was nun die einzelnen bisher dargestellten Glieder der Reihe betrifft, so erweisen sich die beiden Chinoketazine des Acenaphtenchinons nach Eigenfarbe und Verhalten als vollkommene Analoga der entsprechenden Phenanthrenchinoketazine: denn gemäß der höheren Farbe des Acenaphtenchinons (zitronengelb) sind sie hieher gefärbt als die zwei ersten Körper, andererseits aber sind sie ebenso beständig wie jene und reagieren auch nicht mit Hydroxylamin unter Bildung von Oximen. Mit Phenylhydrazin reagieren beide, Phenanthren- sowie Acenaphtenchinoketazin, unter Stickstoffentwicklung und Bildung von Gemengen noch Stickstoff enthaltender, leicht zersetzlicher Reduktionsprodukte, deren Aufarbeitung zu definierten Körpern indes wenigstens bei der derzeitigen Knappheit an Arbeitsmaterial, nicht durchführbar erschien.

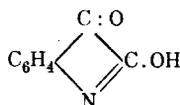
Name	Formel	Schmelzpunkt	Eigenfarbe
Phenanthrenchino-Benzophenonketazin	$\begin{array}{c} \text{C}_6\text{H}_4-\text{C}=\text{O} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4-\text{C}=\text{N}_2=\text{C} \begin{array}{l} \swarrow \text{C}_6\text{H}_5 \\ \searrow \text{C}_6\text{H}_5 \end{array} \end{array}$	C. 158—159°	tiefrot
Phenanthrenchino-Fluorenonketazin	$\begin{array}{c} \text{C}_6\text{H}_4-\text{C}=\text{O} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4-\text{C}=\text{N}_2=\text{C} \begin{array}{l} \swarrow \text{C}_6\text{H}_4 \\ \searrow \text{C}_6\text{H}_4 \end{array} \end{array}$	215—216°	braunviolett
Acenaphthenchino-Benzophenonketazin	$\begin{array}{c} \text{—C}=\text{O} \\ \\ \text{C}_{10}\text{H}_6 \\ \\ \text{—C}=\text{N}_2=\text{C} \begin{array}{l} \swarrow \text{C}_6\text{H}_5 \\ \searrow \text{C}_6\text{H}_5 \end{array} \end{array}$	185—186°	hell chromgelb
Acenaphthenchino-Fluorenonketazin	$\begin{array}{c} \text{—C}=\text{O} \\ \\ \text{C}_{10}\text{H}_6 \\ \\ \text{—C}=\text{N}=\text{C} \begin{array}{l} \swarrow \text{C}_6\text{H}_4 \\ \searrow \text{C}_6\text{H}_4 \end{array} \end{array}$	193·5 bis 195°	braungelb
Isato-Benzophenonketazin	$\begin{array}{c} \text{C}=\text{N}_2=\text{C} \begin{array}{l} \swarrow \text{C}_6\text{H}_5 \\ \searrow \text{C}_6\text{H}_5 \end{array} \\ / \quad \backslash \\ \text{C}_6\text{H}_4 \quad \text{C}=\text{O} \\ \\ \text{N} \\ \\ \text{H} \end{array}$	214—215°	kanariengelb
Isato-Fluorenonketazin	$\begin{array}{c} \text{C}=\text{N}_2=\text{C} \begin{array}{l} \swarrow \text{C}_6\text{H}_4 \\ \searrow \text{C}_6\text{H}_4 \end{array} \\ / \quad \backslash \\ \text{C}_6\text{H}_4 \quad \text{C}=\text{O} \\ \\ \text{N} \\ \\ \text{H} \end{array}$	185—186°	hell zinnberrot
Thionaphthenchino-Benzophenonketazin	$\begin{array}{c} \text{C}=\text{N}_2=\text{C} \begin{array}{l} \swarrow \text{C}_6\text{H}_5 \\ \searrow \text{C}_6\text{H}_5 \end{array} \\ / \quad \backslash \\ \text{C}_6\text{H}_4 \quad \text{C}=\text{O} \\ \\ \text{S} \end{array}$	107 bis 108·5°	leuchtend zinnberrot
Thionaphthenchino-Fluorenonketazin	$\begin{array}{c} \text{C}=\text{N}_2=\text{C} \begin{array}{l} \swarrow \text{C}_6\text{H}_4 \\ \searrow \text{C}_6\text{H}_4 \end{array} \\ / \quad \backslash \\ \text{C}_6\text{H}_4 \quad \text{C}=\text{O} \\ \\ \text{S} \end{array}$	221—223°	tief dunkelrot

Name	Formel	Schmelzpunkt	Eigenfarbe
Kampferchino-Benzophenon-ketazin	$ \begin{array}{c} \text{H} \\ \\ \text{H}_2\text{C} - \text{C} - \text{C} - \text{O} \\ \quad \quad \quad \\ \text{H}_3\text{C} - \text{C} - \text{CH}_3 \\ \quad \quad \\ \text{H}_2\text{C} - \text{C} - \text{C} - \text{N}_2 = \text{C} \\ \quad \quad \\ \text{CH}_3 \quad \text{C}_6\text{H}_5 \\ \quad \quad \quad \text{C}_6\text{H}_5 \end{array} $	C. 106·5 bis 108°	farblos
Kampferchino-Fluorenon-ketazin	$ \begin{array}{c} \text{H} \\ \\ \text{H}_2\text{C} - \text{C} - \text{C} - \text{O} \\ \quad \quad \quad \\ \text{H}_3\text{C} - \text{C} - \text{CH}_4 \\ \quad \quad \\ \text{H}_2\text{C} - \text{C} - \text{C} = \text{N}_2 = \text{C} \\ \quad \quad \\ \text{CH}_3 \quad \text{C}_6\text{H}_4 \\ \quad \quad \quad \text{C}_6\text{H}_4 \end{array} $	156 bis 157°	farblos

Erwähnenswert ist auch, daß weder Phenanthren- noch Acenaphthenchinonmonoxim mit Hydrazonen — auch nicht mit Acetonhydrazon — reagieren; das Ausbleiben der weiteren Kondensation kann auch hier bloß mit dem Verlegenheitsausdrucke der sterischen Hinderung zu begründen versucht werden. Die beiden nächsten Analoga, Isato-Benzophenon- und Fluorenonketazin, weisen infolge der Eigenschaften des Ausgangskörpers Isatin allein schon Unsicherheiten auf, weshalb sich ein absolut sicheres Urteil über ihre Konstitution nicht abgeben läßt. Zunächst ist nämlich nicht vorauszu- sehen, ob das Isatin in der Lactam- oder Lactimform reagiert und



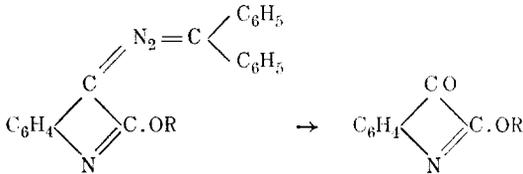
Lactamform



Lactimform

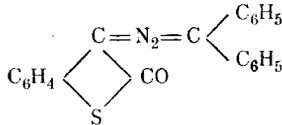
außerdem kann das Hydrazon in die α -, ebenso gut wie in die β -ständige Carbonylgruppe substituieren. Nun ist Isato-Benzophenonketazin leuchtend zitronengelb, Isatofluorenonketazin hell zinnoberrot gefärbt; aus der Analogie mit dem goldgelben β -Isatinanil und sowie aus der leichten Benzoylier- und Acetylierbarkeit läßt sich schließen, daß die Ketazine β -substituierte Derivate der Lactamform des Isatins sind, denn erstens spricht hierfür die ebenso wie beim

β -Isatinanil vorhandene höhere Eigenfarbe als beim tief zinnoberroten Isatin, zweitens sind Imidowasserstoffe stets leichter zu benzoylieren, beziehungsweise acetylieren als Hydroxylwasserstoff und endlich wurde bei der Spaltung des Acetyl-, beziehungsweise Benzoylproduktes mit mittelstarker (50- und 60-prozentiger) Essigsäure stets nur Isatin, niemals aber *o*-Aceto- oder Benzoylisatin isoliert, das jedoch bei Vorliegen des Kondensationsproduktes in der Lactimform wenigstens in geringen Mengen hätte resultieren müssen:



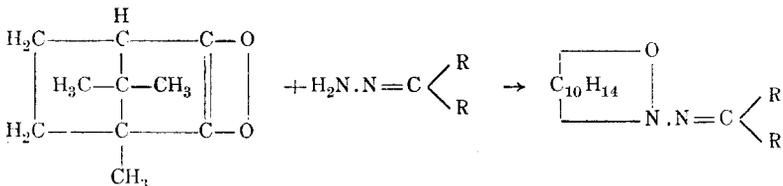
Es erscheint somit die Wahl der auch in die Tabelle aufgenommenen Konstitutionsformel der beiden Isatoketazine als β -substituierte Lactame berechtigt.

Die entsprechenden Ketazine des Thionaphtenchinons entbehren von vornherein wenigstens einer Unsicherheit: es kann bei ihrer Bildung keine Desmotropie wie bei Isatinderivaten auftreten. Was nun die Stellung, in der das Hydrazone substituiert, betrifft, so kann bei ihnen ebenso wie beim Isatin solche in β -Stellung angenommen werden, da Hydroxylamin und Phenylhydrazin stets das β -Carbonyl substituieren und auch die von Thionaphtenchinon direkt ausgehenden indigoiden Farbstoffe stets in β -Stellung am Chinon gekuppelt sind:

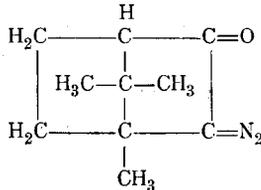


Auch die intensive, gegenüber dem Ausgangskörper stark vertiefte Eigenfarbe der beiden Kondensationsprodukte spricht für die vorhin gemachte Annahme.

Die beiden Chinoketazine des Kampferchinons sind, wie vorhin erwähnt, farblos; obwohl nun der chromophore Charakter des Kampferinges sicherlich weniger ausgeprägt ist als der des Benzol-, beziehungsweise der hier verwendeten kondensierten Benzolringe,



ist eine genügende Erklärung für das vollkommene Fehlen der Absorption im sichtbaren Teile des Spektrums nur in der Annahme zu finden, daß Kampferchinon mit Ketohydrazonen als Superoxyd reagiert; es treten somit weder chinoide noch konjugierte Doppelbindungen auf und kann also eigentlich Eigenfarbe nicht auftreten. Eine Stütze findet diese Annahme noch in der Tatsache, daß Diazokampfer



gelb gefärbt ist (Journ. f. prakt. Chemie (2), 95, 133 bis 159), obwohl ihm weitere chromophore Gruppen fehlen, die in obigen Ketazinen noch vorhanden sind.

Wiederholend läßt sich also zusammenfassen, daß die hier beschriebenen Chinoketazine beständige Körper darstellen, die nach Eigenfarbe — mit der letzterwähnten Ausnahme — und Verhalten den diesbezüglich gehegten Erwartungen entsprechen.

Experimenteller Teil.

Ia. Phenanthrenchino-Benzophenonketazin.

5 g Phenanthrenchinon wurden in 50 cm^3 Benzol heiß gelöst und nach vollzogener Lösung 4.72 g (1 Mol) Benzophenonhydrazon hinzugesetzt. Es wurde nun 1 Stunde am Rückfluß gekocht, vom tiefgefärbten Reaktionsprodukt das Benzol im Wasserbad abgetrieben, der schmierige, dunkle Rückstand nach dem Abkühlen mit Äther angerieben und unter Nachwaschen mit diesem abgesaugt. Der auf dem Filter befindliche krystallinische Rückstand wurde in wenig Benzol (8 cm^3) heiß gelöst und noch warm durch partiweisen Zusatz von Methylalkohol (zirka 50 cm^3) das Chinoketazin in tiefroten Kryställchen mit auffallendem Flächenschimmer ausgefällt. F. 158 bis 159° C. unkorrr. Ausbeute 4.51 g = 52% der Theorie. Nach dem zweiten Umkrystallisieren war der Körper analysenrein.

Analysen:

- I. 6.490 mg gaben 19.98 mg CO_2 und 3.14 mg H_2O .
Gef. 83.96% C, 5.41% H.
 - II. 8.015 mg gaben 24.70 mg CO_2 und 3.66 mg H_2O .
Gef. 84.05% C, 5.11% H.
 - III. 3.355 mg gaben 0.220 cm^3 N_2 bei 20° C. und 735 mm.
Gef. 7.39% N.
- Ber. für $\text{C}_{27}\text{H}_{18}\text{ON}_2$: 83.89% C, 4.71% H, 7.26% N.

Ib. Phenanthrenchino-Fluorenonketazin.

Das Chinoketazin wurde ganz analog der in Ia angegebenen Weise aus 5 g Phenanthrenchinon und 4.7 g Fluorenonhydrazon (je 1 Mol) in einer Ausbeute von 4 g = 45% der Theorie als tief braunviolette Kryställchen vom F. 215 bis 216° C. unkor. gewonnen.

Analysen:

- I. 4.263 mg gaben 13.473 mg CO₂ und 1.750 mg H₂O.
 II. 4.216 mg gaben 0.288 cm³ N₂ bei 19° C. und 736 mm.
 Gef. 84.210% C, 4.600% H, 7.560% N.
 Ber. für C₂₇H₁₆ON₂: 84.330% C, 4.210% H, 7.290% N.

II a. Acenaphtenchino-Benzophenonketazin.

3 g Acenaphtenchinon und 3.25 g Benzophenonhydrazon (je 1 Mol) wurden in 20 cm³ Xylol durch 2 Stunden am Rückfluß gekocht, nachher die braungefärbte Lösung noch heiß durch ein Faltenfilter gegossen, um von den ausgeschiedenen Harzen zu trennen, und unter der Wasserleitung abgekühlt. Es schieden sich hiebei gelbe, krümmelige Krystallwarzen ab, die nach dem Absaugen und Waschen mit wenig Xylol aus diesem umkrystallisiert wurden: F. 185 bis 186° C. unkor. Ausbeute 2.82 g = 41% der Theorie.

Analysen:

- I. 3.682 mg gaben 9.915 mg CO₂ und 1.399 mg H₂O.
 II. 2.798 mg gaben 0.180 cm³ N₂ bei 21° C. und 738 mm.
 Gef. 84.330% C, 4.260% H, 7.260% N.
 Ber. für C₂₇H₁₆ON₂: 84.330% C, 4.210% H, 7.290% N.

III a. Isato-Benzophenonketazin.

1 g Isatin wurde feinst gepulvert mit 1.5 g Benzophenonhydrazon (1 Mol) in 60 cm³ Xylol am Rückfluß zum Sieden erhitzt. Nach ungefähr einer Viertelstunde begannen sich wunderschöne kanariengelbe Krystallnadelchen abzuscheiden, die beim Weitersieden an Menge zunahmen und nach zirka 1 Stunde den Kolbeninhalt fast gänzlich erfüllten. Nach dem Abkühlen wurde abgesaugt, mit wenig Xylol nachgewaschen und aus diesem umkrystallisiert. F. 214 bis 215° C. unkor. Ausbeute 1.40 g = 60% der Theorie.

Analysen:

- I. 4.012 mg gaben 11.410 mg CO₂ und 1.764 mg H₂O.
 II. 2.688 mg gaben 0.309 cm³ N₂ bei 17° C. und 734 mm.
 Gef. 77.580% C, 4.930% H, 13.060% N.
 Ber. für C₂₁H₁₅ON₃: 77.500% C, 4.660% H, 12.920% N.

II b. Acenaphtenchino-Fluorenonketazin.

2 g Chinon und 2·1 g Hydrazon ergaben in 15 cm^3 Xylol nach einstündigem Kochen am Rückfluß und nach folgender Weiterbehandlung wie oben braungelbe, krümmelige Krystallwarzen vom F. 193·5 bis 195° C. unkorrt. in einer Ausbeute von 2 g = 45% der Theorie.

Analysen:

- I. 4·012 mg gaben 12·441 mg CO_2 und 1·403 mg H_2O .
 II. 3·004 mg gaben 0·203 cm^3 N_2 bei 20° C. und 739 mm.
 Gef. 84·54% C, 3·92% H, 7·65% N.
 Ber. für $C_{27}H_{14}ON_2$: 84·76% C, 3·70% H, 7·33% N.

III b. Isato-Fluorenonketazin.

1 g Isatin und 1·5 g Fluorenonhydrazon ergaben in 50 cm^3 Xylol unter denselben Bedingungen wie bei III a 1·20 g = 50% der Theorie Chinoketazin; feine, leichte, zinnoberrrote Krystallnadelchen vom F. 185 bis 186° C.

Analysen:

- I. 3·867 mg gaben 10·932 mg CO_2 und 1·470 mg H_2O .
 II. 5·062 mg gaben 0·593 cm^3 N_2 bei 18° C. und 736 mm.
 Gef. 77·69% C, 4·26% H, 13·31% N.
 Ber. für $C_{21}H_{13}ON_3$: 77·98% C, 4·06% H, 13·09% N.

IV a. Thionaphtenchino-Benzophenonketazin.

1 g Thionaphtenchinon wurde heiß in 8 cm^3 Benzol gelöst und in der Wärme 1·2 g Benzophenonhydrazon (1 Mol) zugesetzt. Dann wurde 3 Tage bei Zimmertemperatur stehen gelassen, das Benzol im Vakuum abgesaugt und der Rückstand, der eine klare, rote Harzmasse bildete, mit 10 cm^3 eines Gemenges von 1 Teil Äther und 1 Teil Petroläther angerieben. Nach dem Abgießen geringer Mengen ungelöster Harze wurde nochmals im Vakuum abgesaugt und der nunmehr krystallinische, prachtvoll zinnoberrrote Rückstand abgenutzt, mit wenig Äther gewaschen und aus diesem umkrystallisiert. Ausbeute 0·70 g = 30% der Theorie. F. 107 bis 108·5° C. unkorrt.

Analysen:

- I. 4·234 mg gaben 11·483 mg CO_2 und 1·612 mg H_2O .
 II. 2·879 mg gaben 0·210 cm^3 N_2 bei 18° C. und 736 mm.
 Gef. 73·90% C, 4·26% H, 8·30% N.
 Ber. für $C_{21}H_{14}OSN_2$: 73·64% C, 4·13% H, 8·19% N, 9·37% S.

IV b. Thionaphtenchino-Fluorenonketazin.

0·65 g Thionaphtenchinon wurde mit 0·78 g Fluorenonhydrazon (1 Mol) in 4 cm³ Benzol 6 Stunden am Rückfluß erhitzt; nach dieser Zeit hatten sich am Boden des Kölbchens dunkelrote Krystallnadeln abgeschieden, die abgesaugt und aus viel Benzol umkrystallisiert wurden. Ausbeute 0·35 g = 25% der Theorie. F. 221 bis 223° C. unkorrr. -- Analysen:

I. 2·468 mg gaben 0·185 cm³ N₂ bei 19° C. und 736 mm.

II. 5·036 mg gaben 3·550 mg BaSO₄.

Gef. 8·47⁰/₁₀ N, 9·68⁰/₁₀ S.

Ber. für C₂₁H₁₂OSN₂: 8·24⁰/₁₀ N. 9·42⁰/₁₀ S.

V a. Kampferchino-Benzophenonketazin.

2 g Chinon wurden mit 2·28 g Hydrazon und 3 cm³ Benzol 6 Stunden im Bombenrohr auf 100° C. erhitzt. Der Bombeninhalte, eine hellbraun gefärbte Flüssigkeit, wurde herausgespült, das Benzol im Vakuum abgesaugt und der eine klare, gelbbraune Harzmasse bildende Rückstand mehrmals aus Petroläther umkrystallisiert, bis der Schmelzpunkt nicht mehr stieg. Das Chinoketazin stellt ein fast farbloses, krystallinisches Pulver vom F. 106·5 bis 108° C. dar, das in einer Ausbeute von 1·10 g = 27% der Theorie erhalten wurde.

Analysen:

I. 3·678 mg gaben 10·810 mg CO₂ und 2·406 mg H₂O.

II. 3·002 mg gaben 0·221 cm³ N₂ bei 19° C. und 738 mm.

Gef. 80·23⁰/₁₀ C, 7·32⁰/₁₀ H, 8·36⁰/₁₀ N.

Ber. für C₂₃H₂₄ON₂: 80·15⁰/₁₀ C, 7·04⁰/₁₀ H, 8·15⁰/₁₀ N.

Vb. Kampferchino-Fluorenonketazin.

1 g Chinon, 2·24 g Hydrazon und 1·5 cm³ Benzol wurden 6 Stunden im Bombenrohr auf 100° erhitzt. Beim Öffnen des Rohres wurde eine geringe Menge nebenher gebildeten Fluorenonketazins durch Abfiltrieren von der braungelben Lösung getrennt und diese genau wie bei Va aufgearbeitet. Es resultieren 0·5 g Chinoketazin (25% Ausbeute), ein fast farbloses Krystallpulver vom F. 156 bis 157° C. unkorrr.

Analysen:

I. 4·236 mg gaben 12·500 mg CO₂ und 2·536 mg H₂O.

II. 3·421 mg gaben 0·255 cm³ N₂ bei 17° C. und 734 mm.

Gef. 80·52⁰/₁₀ C, 6·70⁰/₁₀ H, 8·46⁰/₁₀ N.

Ber. für C₂₃H₂₂ON₂: 80·63⁰/₁₀ C, 6·49⁰/₁₀ H, 8·20⁰/₁₀ N.