

Über das 2-Dichlormethyl-oxazolin und seine Kondensation mit 4-Nitrobenzaldehyd*.

(Über Oxazole und Oxazoline, I. Mitteilung.)

Von

H. Bretschneider, G. Piekarski und K. Biemann.

Aus dem Institut für Organische und Pharmazeutische Chemie der Universität Innsbruck.

(Eingelangt am 1. Juli 1954.)

N-Dichloracetyläthanolamin (I) wurde über das mit SOCl_2 erhaltene N-Dichloracetyl- β -chloräthylamin (II) durch Alkali in das 2-Dichlormethyl-oxazolin (III) übergeführt, dessen sehr leicht erfolgende hydrolytische Umwandlungen beschrieben werden. Kondensation von 4-Nitrobenzaldehyd mit (III) erfolgt ohne jedweden Katalysatorzusatz unter den mildesten Bedingungen an der überaus reaktiven Methingruppe des Dichlormethylrestes von (III) zu 2- $[\beta$ -(4-Nitrophenyl)- β -oxy- α, α' -dichloräthyl]-oxazolin (VI), dessen Konstitution an Hand eines O-Acetats und durch die saure Hydrolyse zu einer β -(4-Nitrophenyl)- α, α' -dichlorhydracrylsäure und Äthanolamin bewiesen wird.

Anlaß für diese Untersuchung war die Fragestellung, ob sich nicht in *einstufiger*, aldolähnlicher Kondensation solche Verbindungen gewinnen ließen, deren Gesamtstruktur und Oxydationszustand dem Chloramphenicol weitgehend ähnelt, und welche dann weiterhin durch einfache Maßnahmen, wie Hydrolyse und eventuelle Decarboxylierung, in Chloramphenicol selbst überführbar wären. Als Komponenten solcher Kondensationsreaktionen wurden einerseits der 4-Nitrobenzaldehyd und andererseits eine vom Serin sich ableitende 2-Dichlormethyl-oxazolin-carbonsäure-(4) bzw. ihr Ester in Betracht gezogen. Weil für Serin erst eine, es leichter zugänglich machende Synthese¹ ausgearbeitet werden

* Herrn Prof. Dr. L. Ebert zum 60. Geburtstag gewidmet.

¹ H. Bretschneider, N. Karpitschka und G. Piekarski, Mh. Chem. 84, 1084 (1953).

mußte, sollte zunächst als billigere Modells substanz für den Oxazolin-körper das ebenfalls unbekannte 2-Dichlormethyl-oxazolin (III) dargestellt und auch in seinem Verhalten gegen 4-Nitrobenzaldehyd geprüft werden.

Synthese des 2-Dichlormethyl-oxazolin (III).

Bei der Synthese des 2-Dichlormethyl-oxazolins konnten Vorarbeiten von *Jones* und *Wilson*² benützt werden. Das nach diesen Autoren aus Äthanolamin und Dichloracetylchlorid gewonnene N-Dichloracetyl-äthanolamin (I) (Versuch 1) wurde mit unverdünntem Thionylchlorid in der Hitze in 92%iger Ausbeute in das N-Dichloracetyl- β -chlor-äthylamin (II) übergeführt (Versuch 2).

Thionylchlorid in der Kälte ergab ein kristallines Reaktionsprodukt, das, nach der Gewichtszunahme zu schließen, ein Chlorosulfinat vorstellen könnte. Die sehr labile Verbindung eignet sich nicht für die geplanten Umformungen. Verdünntes Thionylchlorid in der Wärme nach *Jones* und *Wilson* lieferte nur 42% an (II).

Der Ringschluß von (II) zum gesuchten Oxazolin (III) gelang am besten in Anlehnung an ein von *Goldberg*³ für andere Oxazoline angegebene Verfahren durch ganz kurzes Erwärmen von (II) mit wäbr.-alkohol. Lauge und Destillation des mit Äther isolierten Reaktionsproduktes (Versuch 3). Das in 59%iger Ausbeute bei 35 bis 40° Badtemp. und 0,4 Torr erhaltene, ölige 2-Dichlormethyl-oxazolin (III) gab korrekte Analysenwerte, erwies sich aber als hydrolytisch recht empfindliche Verbindung. So gibt (III) in ätherischer Lösung mit Pikrinsäure ein bei 157° (u. Zers.) schmelzendes Pikrat, dessen Analyse aber für das Vorliegen eines Hydrats oder des um ein Mol Wasser reicheren O-Dichloracetyl-äthanol-aminpikrats (IVa) spricht (Versuch 3c). Zur Entscheidung zwischen diesen Möglichkeiten wurde das O-Dichloracetyl-äthanolamin-hydrochlorid (IVb) durch Reaktion des Äthanolamins mit HCl-Gas gesättigter Dichloressigsäure und Dichloracetylchlorid (Salzacylierungsmethode⁴) dargestellt. Die bei 102° schmelzenden, in Wasser leicht löslichen Kristalle geben mit Natriumpikrat eine mit oben erwähntem Pikrat (IVb) idente Verbindung. Es tritt somit bei der in Äther erfolgten Pikratdarstellung des Dichlormethyl-oxazolins (oder zumindest bei sehr kurzem Lagern des Adduktes) bereits Hydrolyse zum O-Dichloracetyläthanolamin ein. In zu erwartender Acylwanderung O \rightarrow N wurde aus dem Pikrat und Hydrochlorid des O-Dichloracetyl-äthanolamins durch Alkalibehandlung das N-Dichloracetyl-äthanolamin (I) erhalten (Versuche 3c und 4). Weitere Befunde für die

² E. R. H. Jones und W. Wilson, J. Chem. Soc. London 1949, 551.

³ A. A. Goldberg und W. Kelly, J. Chem. Soc. London 1948, 1919.

⁴ H. Bretschneider, Mh. Chem. 76, 368 (1946).

leichte Hydrolysierbarkeit des 2-Dichlormethyl-oxazolins sind: Nach mehrtägigem Stehen und erneuter Destillation hinterbleiben als Destillationsrest zirka 8% N-Dichloracetyl-äthanolamin. Eine Suspension von (III) in Wasser ergibt nach 24 Stdn. bei 20° eine Lösung, die nur mehr N-Dichloracetylamin (I) enthält (Versuche 3a und 3b).

Kondensation von 2-Dichlormethyl-oxazolin (III) und 4-Nitrobenzaldehyd (V) zu 2-[β -(4-Nitrophenyl)- β -oxy- α , α -dichloräthyl]-oxazolin (VIa).

(III) und (V) reagieren unter denkbar mildesten Reaktionsbedingungen, ohne jedweden Katalysator in Methanollösung bei 20° unter Bildung einer bei 133 bis 135° schmelzenden Verbindung (Ausbeute 50 bis 60% d. Th.) (Versuch 5). Die Analyse des Kondensationsproduktes, die gut für eine Formel $C_{11}H_{10}O_4N_2Cl_2$ stimmende Werte ergab, zeigte, daß es aus (III) und (V) durch bloße Addition entstanden sein mußte; eine Doppelbindung ließ sich dementsprechend weder mit Tetranitromethan noch nach *Baeyer* nachweisen.

Für das Vorliegen eines (dichlormethylierten) Oxazolinsystems sprach das Verhalten gegen mäßig konzentrierte Salzsäure bei 20°, durch welche die Verbindung rasch in ein bei 200° (u. Zers.) schmelzendes Hydrochlorid verwandelt wurde, das in reinem Wasser leicht löslich war; Alkalisieren der wäßrigen Lösung des Hydrochlorids ergab eine ölige, ätherlösliche, chlorhaltige Verbindung, die keine basischen Eigenschaften mehr besaß. Diese nur qualitativ erhobenen Befunde entsprechen der hydrolytischen Öffnung eines Oxazolinringes zum O-Acylaminoalkanolhydrochlorid und dessen Umwandlung in das N-Acylaminoalkanol, ganz analog, wie es in der Reaktionsfolge am Dichlormethyloxazolin selbst oben beschrieben wurde (III \rightarrow IV \rightarrow I) (Versuch (5a)).

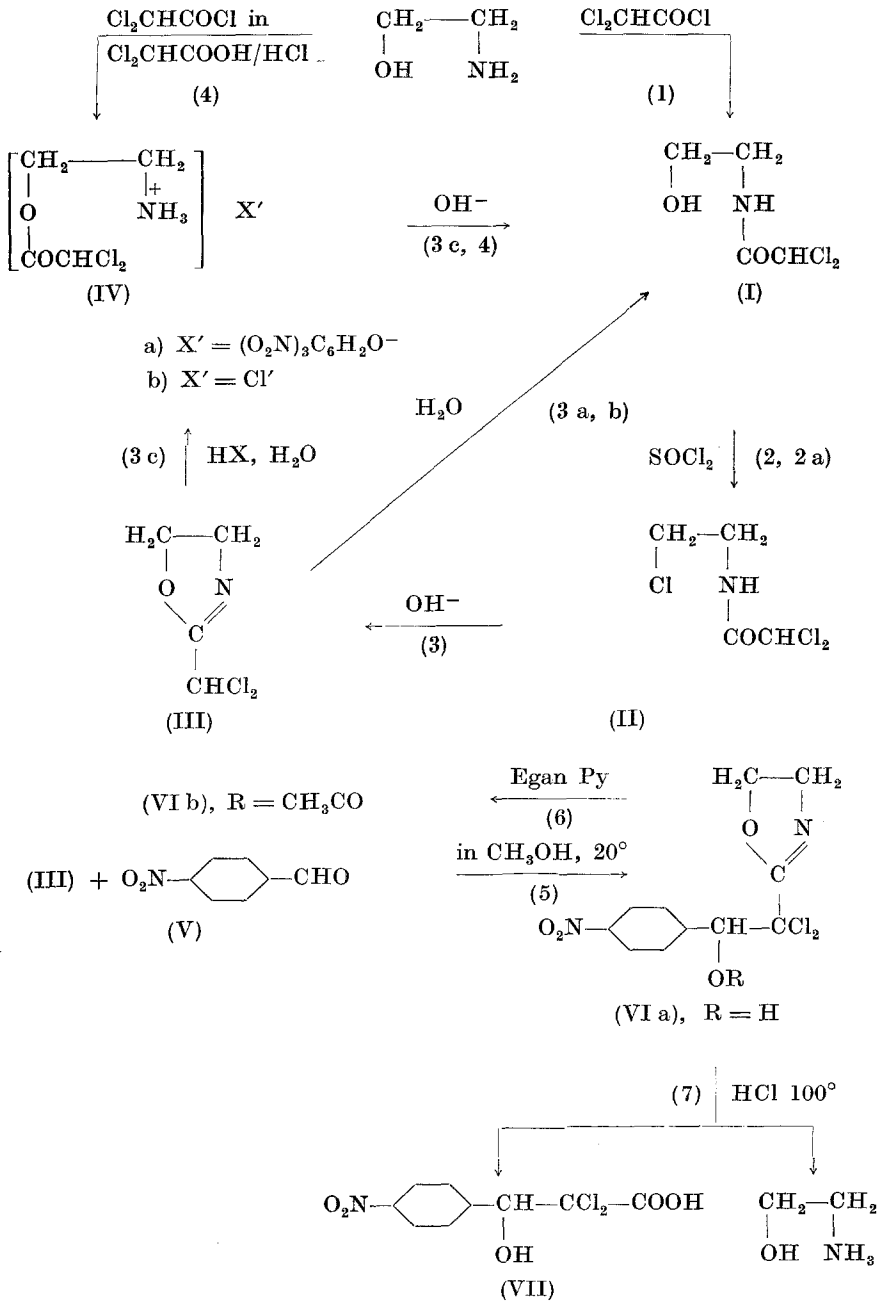
Zur Annahme der Konstitution (VIa) für das Kondensationsprodukt führt die Kombination folgender Befunde: Die Verbindung ist monoacetylierbar (Versuch 6); das der Formel $C_{13}H_{12}O_5N_2Cl_2$ entsprechende Acetylderivat (VIb) zeigt aber bei der sehr schonenden Acetylbestimmung nach *Kunz*⁵ (0,01 n NaOH, 0°) nicht den Verbrauch von einem, sondern von 4 Äquivalenten Alkali. Dieses Verhalten steht in derartigem Widerspruch zu dem von Chloramphenicol bzw. dessen Acetylderivaten⁶, daß damit schon das Vorliegen eines Phenylpropanskelettes sehr unwahrscheinlich wurde.

Den eindeutigen Beweis für die Konstitution von (VIa) erbrachte der eine von uns (*K. B.*) schließlich durch die heiße saure Hydrolyse

⁵ *A. Kunz* und *C. S. Hudson*, *J. Amer. Chem. Soc.* 48, 1982 (1926).

⁶ *M. C. Rebstock*, *H. M. Crooks*, *J. Controulis* und *Q. R. Bartz*, *J. Amer. Chem. Soc.* 71, 2461 (1949).

Formelübersicht.



dieser Verbindung (Versuch 7). Es wurde dabei eine sehr starke, ätherlösliche Säure vom Schmp. 202° in sehr guter Ausbeute erhalten (VII), sowie aus den basischen Anteilen Äthanolamin, das als N-Benzoyläthanolamin identifiziert wurde. In der starken Säure (VII) konnte qualitativ eine Nitrogruppe und Halogen nachgewiesen werden. Die potentiometrische Titration ergab ein Äquivalentgewicht von 282,6. Da nur ein einziger Potentialsprung auftritt, ist das Vorliegen einer einbasischen Säure ziemlich sicher. Im Einklang damit steht das Ergebnis der Elementaranalyse, die mit einer Verbindung der Bruttoformel $C_9H_7O_5NCl_2$ (MG = 280) — mit Ausnahme des zu hoch gefundenen Kohlenstoffwertes — gut übereinstimmt.

Unter Berücksichtigung der Bildungsbedingungen konnte es sich daher nur um die unbekannte β -(4-Nitrophenyl)- α, α' -dichlorhydracrylsäure (VII) handeln, womit auch der stark saure Charakter in Einklang steht. (Über eine Synthese dieser Säure auf anderem Wege soll in einer folgenden Mitteilung⁷ berichtet werden.)

Auf Grund dieser Befunde ergibt sich für das Kondensationsprodukt die Formel eines 2-(β -4-Nitrophenyl- β -oxy- α, α' -dichloräthyl)-oxazolins (VI). Der unerwartet hohe Verbrauch von 4 Äquivalenten Alkali bei der Acetylbestimmung am Acetylderivat (VIb) muß durch die hydrolytische Entstehung von 1 Mol Essigsäure, 1 Mol einer Carbonsäure und 2 Mol Salzsäure durch weitgehenden Molekülzerfall erklärt werden.

Die überaus hohe Kondensationsbereitschaft der Dichlormethin-Gruppe in (III) darf wohl als überraschend bezeichnet werden und ist, falls ein Übergang des Chloramphenicols in das Oxazolin in vitro stattfinden kann, möglicherweise auch nicht ohne Bedeutung für den Wirkungsmechanismus von Chloramphenicol selbst. Jedenfalls sollen beide vom Chloramphenicol ableitbaren Dichlormethyloxazoline gleiche Aktivität wie dieses selbst zeigen⁸. An sich sind Kondensationsreaktionen von Polyhalogenmethinverbindungen mit Carbonylderivaten lang bekannt, bedürfen aber stärkster alkalischer Kondensationsmittel (vgl. die Kondensation von Chloroform mit Aceton durch feste Kalilauge).

Über die Synthese des 2-Dichlormethyloxazolin-carbonsäure-4-esters soll in einer folgenden Mitteilung⁹ berichtet werden.

Experimenteller Teil.

Versuche G. Piekarski (1 bis 6).

Versuch 1: N-Dichloracetyläthanolamin (I). (I) wurde nach Jones und Wilson² durch Umsatz von 1 Mol Dichloracetylchlorid¹⁰ mit 2 Mol trockenem,

⁷ H. Bretschneider und G. Spördi, Mh. Chem. 85 (1954), im Druck.

⁸ Privatmitteilung.

⁹ H. Bretschneider und G. Piekarski, Mh. Chem. 85 (1954), im Druck.

¹⁰ H. C. Brown, J. Amer. Chem. Soc. 60, 1325 (1938).

destillierten Äthanolamin in Chloroform-Essigester-Gemisch in 80%iger Ausbeute als bei 84 bis 86° schmelzende, aus Benzol umgelöste kristall. Verbindung erhalten.

Versuch 2: N-Dichloracetyl- β -chloräthylamin (II). Man versetzte in einem Rundkolben 504 mg umkristallisiertes (I) mit 0,85 ccm SOCl_2 (4 Mole), wobei (I) unter lebhafter Reaktion und Gasentwicklung in Lösung ging. Nach 20 Min. Rückflußerhitzen (Orangefärbung) wurde der Trockenrest im Vak. hergestellt und nach 2maligem Aufnehmen desselben in Benzol und neuerlichem Verdampfen im Vak. ein für die Bildung von (II) zu erwartendes Gewicht an bei 58 bis 65° schmelzendem Rohprodukt erhalten. Durch Umkristallisation aus Petroläther (30 bis 50°) wurden 92% d. Th. an praktisch reinem, bei 63 bis 65° schmelzendem (II) gewonnen.

Versuch 3: 2-Dichlormethyloxazolin (III). 500 mg (II) wurden mit einem Gemisch von 0,5 ccm 5 n NaOH und 0,3 ccm Methanol unter Umschütteln kurz auf 45° erwärmt, wobei Umwandlung des (II) in ein Öl erfolgte. Nach 30 Min. Stehen bei 20° wurde mit Wasser verdünnt, Pottasche gesättigt und Äther extrahiert. 270 mg angenehm riechendes Öl, das bei 0,4 Torr und 35 bis 40° Badtemp. überging. Ausbeute 59% d. Th. ($n_D^{22,5^\circ} = 1,4972$).

Längeres Erwärmen oder längeres Stehenlassen führten zu keiner Erhöhung der Ausbeute, die sich vielleicht aber durch Milderung der Reaktionsbedingungen (Alkalikonzentration, Temperatur) erzielen ließe. — Die Verbindung ist in Äther gut, in Wasser zunächst unlöslich, beim Stehen unter Hydrolyse (siehe unten) löslich.

$\text{C}_4\text{H}_5\text{ONCl}_2$ (154,0). Ber. C 31,19, H 3,27, N 9,09, Cl 46,05.
Gef. C 31,00, H 3,40, N 9,19, Cl 46,13.

Hydrolytische Empfindlichkeit von (III), Bildung von (I).

Versuch 3a: Ein bereits destilliertes Dichlormethyloxazolin (III) hinterließ nach 3tägigem Stehen im verschlossenen Gefäß nach neuerlicher Destillation einen kristallinen Rückstand (zirka 8%), welcher als fast reines N-Dichloracetyläthanolamin einen Schmp. von 83 bis 85° zeigte.

Versuch 3b: Wird das Oxazolin mit wenig Wasser vermischt, so löst es sich allmählich, nach zirka 24 Stdn. völlig darin auf. Der Vakuumeindampferest ergibt nach Umkristallisation aus Äther-Petroläther (30 bis 50°) N-Dichloracetyläthanolamin vom Schmp. 85° wie oben.

Versuch 3c: Pikratbildung von (III), Isolierung von (IVa)-Pikrat. Nach Versetzen der absol. äther. Lösung von 234 mg (III) mit einer überschüssigen äther. Pikrinsäurelösung fiel das Pikrat in goldgelben, glänzenden Blättchen vom Zersp. 150 bis 156° aus. Die in Alkohol gut, in Äther wenig lösliche Verbindung wurde durch Lösen in wenig absol. Methanol, Zugabe der 3fachen Menge absol. Äther und anschließende Fällung durch tropfenweise Petrolätherzugabe gereinigt. Zersp. 155 bis 157°.

Wie sich aus den weiteren Versuchen ergab, liegt das Pikrat des O-Dichloracetyläthanolamins (VIa) vor.

$\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_9\text{N}_4\text{Cl}_2$ (401,1). Ber. N 13,97, Cl 17,68. Gef. N 14,19, Cl 17,05.

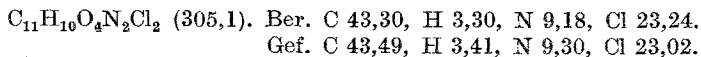
Durch Zersetzen von 54 mg (IVa) mit 2,5 ccm gesättigter Pottaschelösung unter Äther konnten aus diesem 14 mg (58% d. Th.) an N-Dichloracetyläthanolamin (I) vom Schmp. 77 bis 85° (Mischprobe) erhalten werden. Verluste an (I) dürften auf seine relativ gute Wasserlöslichkeit zurückzuführen sein.

Versuch 4: O-Dichloracetyläthanolamin-hydrochlorid (IVb) bzw. Pikrat (IVa) und Überführung (IVb) → (I). Zu 5 g Dichloracetylchlorid (2 Äqu.) und 36 g, mit HCl-Gas gesättigter Dichloressigsäure (3 Äqu.) wurden unter Kühlung tropfenweise 1 g frisch destill. Äthanolamin (1 Äqu.) gegeben. Nach 5stündigem Stehen der Lösung begann auf Zugabe von 75 ccm Äther sofort Kristallisation, welche durch Verreiben mit diesem Lösungsmittel vervollständigt wurde. Man erhielt 2,5 g = 72% d. Th., mit Äther gewaschene Kristalle vom Schmp. 95 bis 100°, mit den Eigenschaften eines Hydrochlorids. Aus Aceton-absol. Äther oder aus Essigester umkristallisiert, wird ein Schmp. von 99 bis 102° beobachtet.

Zur Überführung in das Pikrat wurde das in wenig Wasser gelöste (IVb) mit heißer Na-Pikratlösung oder mit heißer wäßr. Pikrinsäure versetzt. Beim Erkalten schieden sich in guter Ausbeute gelbe Kristalle ab, welche abfiltriert und mit etwas Äther gewaschen wurden. Umkristallisation aus Wasser, gelbe kleine *Stäbchen* vom Zersp. 152 bis 156°; Umkristallisation aus wenig absol. CH₃OH, absol. Äther und Fällung mit Petroläther (30 bis 50°), goldgelb glänzende, rhombische *Blättchen* vom selben Zersp. Mischschmp. mit dem im Versuch 3c beschriebenen Pikrat aus dem 2-Dichlor-methyl-oxazolin (III), welches in denselben rhombischen Blättchen kristallisierte, ergab keine Depression (Zersp. 152 bis 156°).

Zur Überführung des (IVb) in das N-Dichloracetyl-äthanolamin (I) wurden 500 mg davon mit gesättigter wäßr. K₂CO₃-Lösung versetzt und die Lösung dann mit Essigester ausgezogen. Trocknung und Verdampfen des Lösungsmittels ergab 256 mg (I) = 63% vom Schmp. 80 bis 85°, Mischprobe 79 bis 85°.

Versuch 5: Kondensation von 4-Nitrobenzaldehyd (V) mit 2-Dichlor-methyl-oxazolin (III) zu (VIa). 870 mg (V), 888 mg (III) (1 Mol) wurden mit 15 Tropfen Methanol verrieben, 24 Stdn. bei 20° belassen, worauf der Geruch von (V) praktisch verschwunden war und ein kristalldurchsetztes Öl resultierte. Nach Verjagen der leichtflüchtigen Anteile im Vak. wurden die kristallinen Anteile durch Verreiben mit Äther isoliert 1,1 g = 62% d. Th. vom Schmp. 129 bis 133°, der sich nach Umlösen aus wenig absol. Methanol oder Aceton, wobei zu langes Erwärmen zu vermeiden ist, auf den konst. Wert von 138° erhöhte. [Aus der öligen Gesamtmutterlauge konnte noch unveränderter (V) herausgearbeitet werden.]



(VIa) hat zunehmende Löslichkeit in der Reihe Wasser, Äther, Methanol, Aceton.

Die qualitative Analyse auf Nitro- und Halogengruppen fiel positiv aus. Eine Doppelbindung (Tetranitromethan, KMnO₄/Na₂CO₃) war nicht nachweisbar. Mit 5 n NaOH erwärmt, resultiert neben einem gelben Niederschlag eine rote Lösung. Nach Ansäuern tritt Farbumschlag nach gelborange ohne Lösung des Niederschlages ein.

Ein in äther. Lösung (mit Petrolätherzusatz) dargestelltes Pikrat zeigte einen Zersp. von 132 bis 140°, wurde aber nicht weiter bearbeitet.

Versuch 5a: Einwirkung von halbkonzentrierter Salzsäure in der Kälte auf (VIa). 600 mg (VIa) wurden in 2,3 ccm verd. Salzsäure (1,5 ccm HCl,

konz. + 2,5 ccm H₂O) unter Rühren eingetragen. Es war teilweise Lösung und alsbald erneut einsetzende Kristallisation zum dicken Brei zu beobachten. Der ersichtliche Umsatz wurde durch 1/2stünd. Rühren vervollständigt und darauf (unter Kühlung) 669 mg [95% d. Th., bezogen auf ein Addukt von (VIa) mit 1 Mol HCl + 1 Mol H₂O] mit Äther gewaschene Kristalle vom Zersp. 196 bis 200° isoliert. Die Verbindung ist in Wasser mit fast neutraler Reaktion (ionogen. Chlor nachweisbar) löslich, gut in absol. Methanol, nicht hingegen in Aceton oder apolaren organischen Solventien. Qualitativ ist eine Nitrogruppe nachweisbar, jedoch keine Doppelbindung. Mit 5 n NaOH erwärmt, zeigt die Verbindung dieselbe Farbreaktion (rot), aber bräunliche Niederschlagsbildung wie (VIa). Auf Ansäuern Umschlag der Farbe nach gelb. — Wurden 61 mg des Hydrochlorids in 1,65 ccm H₂O gelöst und mit 10%iger Pottaschelösung auf pH 9 bis 10 alkalisiert, so fiel ein mit Essigester oder Äther leicht aufnehmbares Öl (51 mg, 94% d. Th.), das nicht zur Kristallisation gebracht werden konnte und in verd. Salzsäure unlöslich war.

Versuch 6: Acetylderivat (VIb). Zu 335 mg in 0° gekühltem Gefäß befindlichem (VIa) wurde die gleich stark abgekühlte Mischung von 2 ccm trockenem Pyridin und 2 ccm Essiganhydrid tropfenweise zugegeben, wobei (VIa) sofort in Lösung ging. Nach 1stünd. Stehen bei 0° und 24 Stdn. bei 20° wurden die leichtflüchtigen Bestandteile bei einer 40° nicht übersteigenden Badtemp. im Vak. (Eisverdampfung) entfernt und der Rückstand mit 10 ccm Äther zur Kristallisation gebracht. Unter Mitaufarbeitung der Mutterlauge wurden 312 mg (82% d. Th.) an bei 131 bis 134° schmelzenden Kristallen erhalten, die durch Umlösen aus absol. Methanol bis auf den Schmp. von 135,5° gereinigt wurden. [Mit (VIa) starke Schmelzpunktsdepression, Halogen- und Nitrogruppe qualitativ nachweisbar, desgleichen der Acetylrest durch Erwärmen mit konz. Schwefelsäure (Essigsäuregeruch).]

C₁₃H₁₂O₅N₂Cl₂ (347,16). Ber. C 44,98, H 3,48, N 8,07, Cl 20,43.

Gef. C 44,78, H 3,54, N 8,20, Cl 20,67.

Acetylbestimmung nach *Kunz*⁵: 4,431 mg Substanz verbrauchen 5,00 ccm 0,01 n NaOH (in Aceton bei 0°, 5 Stdn.).

Ber. für 1 Äquivalent: 1,27 ccm 0,01 n NaOH.

Versuch 7: Hydrolyse von (VIa) mit siedender Salzsäure zu (VII). 397 mg (VIa) (aus Aceton umkristallisiert, Schmp. 133 bis 135°) wurden mit 5,5 ccm zirka 1 n HCl zum Sieden erhitzt. Nach 2 Min. hatte sich alles gelöst; das Gemisch wurde 1 1/2 Stdn. rückflußerhitzt. Nach dem Erkalten schied sich ein schweres Öl ab, das mit Äther extrahiert wurde (Bearbeitung der salzsauren Phase siehe unten).

Isolierung des sauren Spaltstückes. Die Ätherphase wurde mit gesättigter Bicarbonatlösung (8 ccm in 3 Teilen) geschüttelt, die wäßr. Phase angesäuert und abermals mit Äther extrahiert. Nach dem Verdampfen der getrockneten Ätherlösung blieben 297 mg Kristalle vom Schmp. 197 bis 202° zurück (81% d. Th.). Nach 2maligem Umkristallisieren aus Äther-Petroläther Schmp. 201 bis 202° (konstant).

C₉H₇O₅NCl₂ (280,07). Ber. C 38,60, H 2,52, N 5,00, Cl 25,32.

Gef. C 39,72, H 2,72, N 5,09, Cl 25,34.

Das Molgewicht wurde durch potentiometrische Titration zu 282,6 gefunden. (Einw. 18,40 mg, Verbrauch 3,261 ccm 0,02 n NaOH.)

Die Verbindung ist in Wasser mäßig (pH der 1⁰/₁₀₀ Lösung: 2,41), in Äthanol und Äther gut löslich.

Der mit äther. Diazomethanlösung bereitete Methyl ester der Säure schmolz bei 118 bis 121°.

Isolierung des basischen Spaltstückes. Die salzsaure Phase wurde im Vak. zur Trockne verdampft und einige Tage über KOH im Vak.-Exsikkator aufbewahrt. Rückstand 163 mg. Nach Benzoylierung mit Benzoylchlorid-Kaliumcarbonat und nachfolgender Ätherextraktion wurden 137 mg eines langsam erstarrenden Öles erhalten, das mit Äther-Petroläther zur Kristallisation gebracht wurde. Schmp. 60 bis 62°. Die Verbindung war nach der Mischprobe ident mit N-Benzoylcolamin.