



Wir haben die Kondensation von p-Nitrosodimethylanilin mit Phloroglucin auf dem gleichen Weg durchgeführt, die Ausbeute war aber gleichfalls nicht befriedigend. Daher wurden Umsetzungen von Resorcinderivaten mit p-Nitrosodimethylanilin in Äthanol durchgeführt und die entsprechenden Derivate des 7-Dimethylaminophenoxazons-(3) isoliert; die Kondensation wurde mit Resorcin, Phloroglucin und Orcin durchgeführt.

Die Ausbeuten mit Phloroglucin und Orcin bewegen sich um 25—30% Reinprodukt. Bei der Synthese mit Resorcin wurden chromatographisch 7 Stoffe nachgewiesen, von denen drei (darunter auch der gewünschte Stoff) so ähnliche  $R_F$ -Werte besaßen, daß dieser Vorgang praktisch ohne Bedeutung ist.

### Experimenteller Teil

#### 7-Dimethylamino-1-hydroxy-phenoxazon-(3) (II)

11,2 g p-Nitrosodimethylanilin · HCl und 5 g Phloroglucin wurden in 200 ml Äthanol am Wasserbad unter Rückfluß 2 Stdn. erwärmt. Der Inhalt färbte sich blauviolett; der beim Abkühlen entstandene Niederschlag wurde abfiltriert und die Mutterlauge zur Kristallisation eingengt. Beide Produkte wurden zweimal aus Äthanol umkristallisiert. Ausb. 31% d. Th.

Der Stoff ist wenig in Benzol, gut in Äthanol, Aceton und  $\text{CHCl}_3$  löslich (rötlichviolett). In konz. Schwefelsäure färbt er sich azurblau, in verd. Säuren rotviolett, in  $\text{NH}_3$  purpurrot, in Lauge karminrot. Der Stoff schmilzt nicht bis 350° C.

$\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{O}_3\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ . Ber. N 9,28,  $\text{H}_2\text{O}$  2,99. Gef. N 9,01,  $\text{H}_2\text{O}$  2,71

#### 7-Dimethylamino-1-methyl-phenoxazon-(3) (III)

Darstellung und Reinigung wie vorher. Ausb.: 25%.

Der Stoff ist in Äthanol, Aceton und  $\text{CHCl}_3$  gut löslich mit violetter Färbung, in Benzol weniger (orangerot). Die Lösung in Äthanol, Aceton und  $\text{CHCl}_3$  weist eine hellrote, die Benzollösung eine gelborange Fluoreszenz auf. In konz. Schwefelsäure färbt sich die Verbindung azurblau, in verd. Säuren violettrotlich, in  $\text{NH}_3$  rotviolett, in Alkalihydroxid violett. Der Stoff schmilzt nicht bis 350° C.

$\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ . Ber. N 9,34,  $\text{H}_2\text{O}$  3,00. Gef. N 8,94,  $\text{H}_2\text{O}$  2,88.

#### Chromatographie

	$R_F^a$	$R_F^b$	$R_F^c$	$R_F^d$
I	0,44	0,70	0,43	
II	0,75	0,83	0,87	0,47

Auf Papier Whatman Nr. 1: <sup>a</sup>im System Butanol—Essigsäure—Wasser (5:1:4), <sup>b</sup>im System Butanol—Pyridin—Wasser (5:3:3). Auf einer Silikagel-dünnschicht: <sup>c</sup>Äthanol—Aceton (1:1), <sup>d</sup>Benzol—Aceton (3:1).