

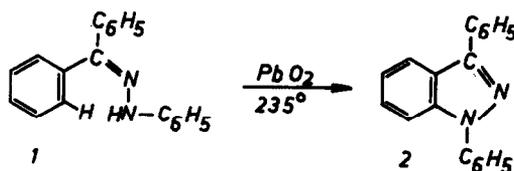
SYNTHESE von 1-ARYLINDAZOLEN

W.Theilacker und C. Raabe

Institut für organische Chemie  
der Technischen Hochschule Hannover

(Received 7 November 1965)

W.A.F. Gladstone u. R.A.C. Norman haben vor kurzem [1] eine einfache Synthese von 1-Aryl-indazolen aus Arylhydrazonen aromatischer Ketone durch Überführen in Azoacetate mit Blei(IV)-acetat und anschließende Cyclisierung mit einer Lewis-Säure beschrieben. Das 1,3-Diphenyl-indazol (2) lässt sich nun, wie wir gelegentlich bei Untersuchungen über Benzophenonhydrazone gefunden haben, aus Benzophenonphenylhydrazon (1) noch einfacher durch Erhitzen mit Blei(IV)-oxid in Stickstoffatmosphäre auf 235° in 70-73%iger Ausbeute (Gladstone und Norman 76 %) darstellen. Die Reaktion ist exotherm und verläuft über 300° unter Feuererscheinung. Schliesst man den Luftsauerstoff nicht aus, so wird die Ausbeute durch Harzbildung ( die Reaktion verläuft über Radikale) stark herabgesetzt.



50 g (1) werden mit 95 g Blei(IV)-oxid innig gemischt und in einem 150 ml Kolben, der mit Thermometer, Gaseinleitungsrohr und Luftkühler versehen ist, im schwachen Stickstoffstrom derart erhitzt, dass man das Reaktionsgefäß in ein Bad von 235° eintaucht und darin 25 min belässt, wobei die Temperatur kurzzeitig auf 273°

ansteigt. Nach dem Erkalten werden die Reaktionsprodukte mit Benzol extrahiert und nach dem Verjagen des Benzols der Destillation unterworfen:

1. Fraktion: 2,8 g,  $Kp_{0,05}$  92° Benzophenonimin
2. Fraktion: 2,7 g,  $Kp_{0,05}$  139-150° Benzophenonanil + 1,3-Diphenylindazol (~1:1)
3. Fraktion: 34,7 g,  $Kp_{0,05}$  180-181° 1,3-Diphenylindazol, erstarrt beim Anreiben mit Äther, F. 100-101°
4. Fraktion: 2,8 g,  $Kp_{0,05}$  210-222° unbekannte Substanz

Ausbeute an (2): 34,7 g + 1,3 g ( aus der 2. Fraktion)

Inwieweit sich die Reaktion auf andere Arylhydrazone aromatischer Ketone übertragen lässt, haben wir nicht geprüft.

[1] W.A.F. Gladstone und R.O.C. Norman, J. chem. Soc. [London] 1965, 3048.