

Mitteilungen aus dem chemischen Institut der  
Universität Heidelberg.

32. Über die Überführung von Hydrazinderivaten  
in heterocyklische Verbindungen;

von

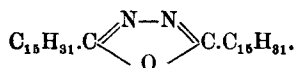
R. Stollé.

XIII. Abhandlung: Dipentadekylfurodiazol  
und Dipentadekylthiodiazol;

von

F. H. Dellschaft.<sup>1)</sup>

Dipentadekylfurodiazol,



5 g Dipalmitylhydrazid<sup>2)</sup> wurden in einem Schwanzkolben unter vermindertem Druck erhitzt, wobei in der Vorlage zunächst Wasserdampf, dann braune Dämpfe und ein die Wandungen als weißer Hauch bedeckendes Sublimat wahrnehmbar waren. Bei 215° und 15 mm Druck ging Dipentadekylfurodiazol als ein in der Vorlage zu einer gelblichen Masse erstarrendes Öl über, wurde in Alkohol gelöst und einige Zeit lang mit Tierkohle gekocht. Das Filtrat schied beim Erkalten federartig vereinigte Kristalle aus, die auf dem Filter zu silberglänzenden Häutchen zusammengedrückt wurden. Die Ausbeute betrug 60 %.

Beim Einengen der Mutterlauge wurde ein pulveriger Niederschlag und eine Anzahl einige Millimeter langer, gelb-

<sup>1)</sup> Vgl. F. H. Dellschaft: „Über das Hydrazid und Azid der Palmitinsäure.“ Inaug.-Diss. Heidelberg 1900. (Druck von J. Hörning).

<sup>2)</sup> Dies. Journ. [2] 64, 428 (1901).

licher Nadeln erhalten. Die letzteren wurden nach dem Trocknen von dem Pulver mechanisch getrennt und aus verdünntem Alkohol umkristallisiert. Sie bildeten lange, flache, durchsichtige, gelbe Nadeln vom Schmelzp. 118°. Diese, sowie der pulverige Niederschlag, wurden nicht näher untersucht.

Dipentadekylfurodiazol ist unlöslich in Wasser, leicht in Äther und heißem, wenig in kaltem Alkohol löslich, schmilzt bei 72° und reduziert ammoniakalische Silbernitratlösung nicht.

0,1167 g gaben, mit CuO verbrannt, 0,3342 g CO<sub>2</sub> u. 0,1342 g H<sub>2</sub>O, entsprechend 0,09115 g C und 0,01491 g H.

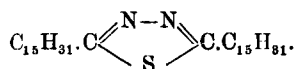
0,2247 g gaben, mit CuO verbrannt, 11,4 ccm N bei 13° u. 750 mm, entsprechend 0,01329 g N.

Berechnet für C <sub>32</sub> H <sub>62</sub> N <sub>2</sub> O:	Gefunden:
C <sub>32</sub> = 384 = 78,37	78,11 %
H <sub>62</sub> = 62 = 12,65	12,78 „
N <sub>2</sub> = 28 = 5,71	5,91 „
O = 16 = 3,27	3,20 „
490 = 100,00	100,00 %.

Dipentadekylfurodiazol wird bei längerem Kochen mit verdünnter Schwefelsäure unter Zusatz von Alkohol unter Wasseraufnahme in Dipalmitylhydrazid zurückverwandelt, während es gegen verdünnte wäßrig-alkoholische Natronlauge auch bei längerem Kochen beständig ist.

Versuche, Bispentadekylpyrrodiazol durch Erhitzen von Dipalmitylhydrazid mit Chlorzinkammoniak zu gewinnen, ergaben, indem letzteres nur wasserentziehend wirkte, ausschließlich Bispentadekylfurodiazol.

Dipentadekylthiodiazol,



3,3 g Dipalmitylhydrazid wurden mit 10 g Phosphorpentasulfid innig verrieben und im Luftbad eine Stunde lang auf 170° erhitzt. Umsetzung unter Schwefelwasserstoffentwicklung trat schon bei etwa 100° ein. Der Rückstand wird (am besten nach Zertrümmerung des Kolbens) mit verdünnter Natronlauge digeriert und mehrmals unter Zusatz von Tierkohle aus Alko-

# 508 Stollé: Überführung von Hydrazinderivaten etc.

hol<sup>1)</sup> umkristallisiert. Die Ausbeute an reinem, bei 60° schmelzendem Dipentadekylthiodiazol betrug etwa 0,5 g (= 15% der Theorie). Die Löslichkeitsverhältnisse waren dieselben wie bei Furodiazol.

0,1940 g lieferten nach der Oxydation mit HNO<sub>3</sub> durch Fällung mit BaCl<sub>2</sub> 0,0926 g BaSO<sub>4</sub>, entsprechend 0,0127 g S.

0,1387 g lieferten, mit CuO und Bleichromat verbrannt, 0,3865 g CO<sub>2</sub> und 0,1514 g H<sub>2</sub>O, entsprechend 0,10541 g C und 0,01682 g H.

0,1496 g gaben, mit CuO verbrannt, 7,1 ccm N bei 9° und 764 mm, entsprechend 0,00858 g N.

Berechnet für C <sub>32</sub> H <sub>62</sub> N <sub>2</sub> S:	Gefunden:
C <sub>32</sub> = 384 = 75,89	75,99 %
H <sub>62</sub> = 62 = 12,25	12,13 „
N <sub>2</sub> = 28 = 5,53	5,74 „
S = 32 = 6,33	6,55 „
506 = 100,00	100,41 %.

<sup>1)</sup> Aus den Mutterlaugen wurden auch hier die gelben Nadelchen vom Schmelzp. 118° gewonnen.