

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

Acetophenon-Derivate

Edler, Robert

1884

IX. Einwirkung von Brom auf Meta-Amidoacetophenonacetylal

[urn:nbn:de:bsz:31-273626](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-273626)

	Analyse I	Analyse II	Analyse III	Analyse IV
Kohlenstoff	58.82	60.26	—	—
Wasserstoff	7.10	6.86	—	—
Stickstoff	—	—	8.21	—
Krystallwasser	—	—	—	9.02

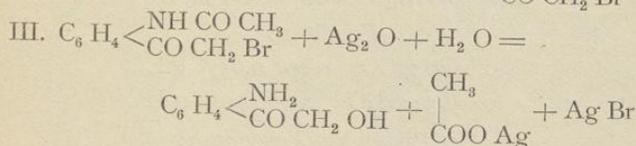
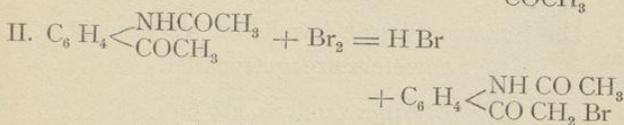
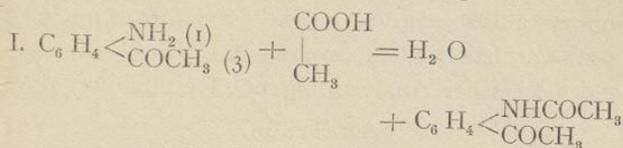
Trotz wiederholt angestellter, auf's Sorgfältigste ausgeführter Analysen, sowohl mit Kupferoxyd als auch mit chromsaurem Blei, war es mir leider nicht möglich, in Bezug auf den Kohlenstoffgehalt besser stimmende Resultate zu erzielen. Es muss jedoch aus vorstehenden Resultaten geschlossen werden, dass auch die Acetylverbindung des Meta-Amidoacetophenons mit einem Molekül Krystallwasser krystallisiert.

Um zu einer dem Indigblau analogen Combination der Metareihe zu gelangen, liess ich nacheinander Brom, concentrirte Schwefelsäure und Kalilauge auf meine Acetylverbindung einwirken, erhielt jedoch nur einen weissen, flockigen Körper, der sich, trotz längeren Stehens an der Luft oder beim Durchleiten von Sauerstoff, nicht in den von mir erwarteten, in seinen Eigenschaften dem Indigblau nahestehenden Körper verwandelte.

IX. Einwirkung von Brom auf Meta-Amidoacetophenonacetylal.

Bei den in Folgendem näher beschriebenen Versuchen liess ich mich von dem Gedanken leiten, auf

ganz analoge Weise, wie den schon beschriebenen Acetophenon- und Meta-Nitroacetophenonalkohol, auch einen Alkohol des Meta-Amidoacetophenons zu erhalten; die einzelnen Versuche führte ich im Anschluss an folgende Reaktionsgleichungen durch:



Um die beiden ersten Reactionen, die Acetylierung und die Bromirung des Meta-Amidoacetophenons möglichst zu vereinigen, wurde wie folgt verfahren:

Die Amidoverbindung wurde in überschüssigem Eisessig gelöst und am Rückflusskühler etwa eine Stunde gekocht. Nach dem Erkalten liess man aus einer Glashahnbürette die theoretische Menge Brom möglichst langsam, unter stetem Umschütteln zutropfen. Die hierbei verlaufende Reaction ist eine sehr heftige, wesshalb am besten während derselben der Reaktionskolben in eine Kältemischung gestellt wird. Es muss überhaupt bei der ganzen Bromirung sehr sorgfältig gearbeitet werden, denn sobald die Temperatur des Gemisches zu hoch steigt, tritt unter Ausscheidung eines braunen Harzes Zersetzung ein. Nach etwa einstündigem Stehen wird schwach er-

wärmt, bis plötzlich Entfärbung des Gemisches eintritt, worauf dasselbe rasch in viel kaltes Wasser gegossen wird. Aus demselben fällt ein weisser, flockiger Körper aus, welcher behufs weiterer Reinigung aus verdünntem Alkohol bis zu constantem Schmelzpunkt umkrystallisirt werden muss. Er bildet dann farblose, verfilzte Nadeln, welche bei 112° schmelzen und die bei der Analyse folgende Resultate ergaben:

Analysen.

Die Substanz wurde jeweils im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet.

I. Angewandt: 0.2873 g

Erhalten:

0.2120 g CO_2 resp. 0.0578 g C
0.0465 g H_2O » 0.0051 g H

In Prozenten berechnet:

$$\text{C} = 20.12 \%$$

$$\text{H} = 1.83 \%$$

II. Angewandt: 0.2411 g

Erhalten:

0.1772 g CO_2 resp. 0.0484 g C
0.0464 g H_2O » 0.0051 g H

In Prozenten berechnet:

$$\text{C} = 20.08 \%$$

$$\text{H} = 2.13 \%$$

III. Angewandt: 0.1859 g

Erhalten:

$$v = 26.4 \text{ ccm N}$$

$$t = 18.5^{\circ}$$

$$b = 755 \text{ mm}$$

$$\text{Hieraus: } 0.0302 \text{ g N}$$