

**Badische Landesbibliothek Karlsruhe**

**Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe**

**Acetophenon-Derivate**

**Edler, Robert**

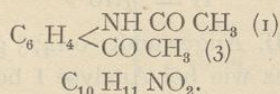
**1884**

VIII. Meta-Amidoacetophenonacetylal

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

und das Filtrat so lange mit Aether ausgeschüttelt, bis sich der letztere nicht mehr färbte. Der auf dem Filter zurückgebliebene Niederschlag wurde langsam an der Luft getrocknet und alsdann in einem Extractionsapparat mit Aether extrahirt. Sämmtliche so erhaltenen ätherischen Lösungen der Amidoverbindung wurden vereinigt, die Hauptmasse des Aethers abdestillirt und so das rohe Meta-Amidoacetophenon durch Auskrystallisiren erhalten. Die Ausbeute an so dargestelltem Product entsprach beinahe vollständig der theoretischen. 100 g Meta-Nitroacetophenon gaben 81.0 g rohes Meta-Amidoacetophenon, eine Ausbeute, die der berechneten Menge von 81.8 g sehr nahe kommt. Allerdings war das Product noch nicht rein. Zur weiteren Reinigung wurde die Amidoverbindung desshalb in Wasser gelöst und daraus mehrmals umkrystallisirt; dasselbe bildet nun farblose, glänzende Blättchen, welche, abweichend von den bisherigen Angaben (92—93°), den Schmelzpunkt 96.5° zeigten. Die Amidoverbindung ist in Alkohol und Aether leicht, in Wasser etwas schwerer löslich.

### VIII. Meta-Amidoacetophenonacetylat.



Die Acetylverbindung des Amidoacetophenons wurde erhalten durch Behandeln der Amidoverbindung mit Eisessig. Es wurde hierbei wie folgt verfahren. Das Meta-Amidoacetophenon wurde mit der theoretischen Menge Eisessig gemischt und am Rückflusskühler auf dem Wasserbade erhitzt; nach einer

Stunde war die Reaction beendet und wurde hierauf durch Extrahiren resp. Ausschütteln der verdünnten wässerigen Lösung mit Aether und Verdampfen des Lösungsmittels die Acetylverbindung selbst erhalten. Die Ausbeute entsprach beinahe vollkommen der theoretischen. Die Acetylverbindung wurde alsdann durch wiederholtes Umkrystallisiren aus Wasser oder verdünntem Alkohol gereinigt; sie krystallisirt namentlich aus verdünntem Alkohol in schönen, fast farblosen, büschelförmig vereinigten Nadeln; diese zeigen den Schmelzpunkt  $125^{\circ}$ ; nach dem Wiedererstarren ist die Acetylverbindung schwach gelb gefärbt; sie ist, wie schon erwähnt, in Wasser, Alkohol, Aether und Chloroform ziemlich leicht löslich.

Elementar-Analysen.

I. Angewandt: 0.3169 g.

Substanz im Vacuum über Schwefelsäure getrocknet.

Erhalten:

$\text{CO}_2$  0.6835 g resp. 0.1864 g C

$\text{H}_2\text{O}$  0.2030 g » 0.0225 g H

In Prozenten berechnet:

C = 58.82 %

H = 7.10 »

II. Angewandt: 0.1473 g.

Substanz wie bei Analyse I behandelt.

Erhalten:

$\text{CO}_2$  0.3255 g resp. 0.0887 g C.

$\text{H}_2\text{O}$  0.0910 g » 0.0101 g H.

In Prozenten berechnet:

C = 60.26 %

H = 6.86 »

III. Angewandt: 0.1601 g.  
Substanz bei 110° getrocknet.

Erhalten:

$$v = 11.6 \text{ ccm N}$$

$$t = 20^\circ$$

$$b = 753.5 \text{ mm}$$

Hieraus: 0.0131 g N.

In Prozenten berechnet:

$$N = 8.21 \%$$

IV. Angewandt 0.1940 g.

Erhalten:

Krystallwasser 0.0175 g.

In Prozenten berechnet:

Krystallwasser = 9.02 %.

Zusammenstellung.

|                          | Berechnet für                                      |   |
|--------------------------|--|---|
|                          | (C <sub>10</sub> H <sub>11</sub> NO <sub>2</sub> ) | (C <sub>10</sub> H <sub>11</sub> NO <sub>2</sub> +H <sub>2</sub> O) |
| Kohlenstoff . . . . .    | 67.80  | 61.53   |
| Wasserstoff . . . . .    | 6.21   | 6.63  |
| Stickstoff . . . . .     | 7.90   | 7.16  |
| Sauerstoff . . . . .     | 18.09  | 15.45   |
| Krystallwasser . . . . . | —  | 9.23  |
|                          | 100.00   | 100.00  |

|                        | Analyse<br>I | Analyse<br>II | Analyse<br>III | Analyse<br>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