

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

Acetophenon-Derivate

Edler, Robert

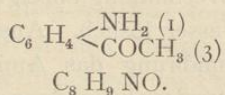
1884

VII. Meta-Amido-Acetophenon

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

tophenonalkohol, mit einem Molekül Krystallwasser krystallisirt. Der Umstand, dass bei den Analysen, entgegengesetzt der allgemeinen Regel, jeweils etwas zuviel Kohlenstoff und zu wenig Wasserstoff gefunden wurde, mag dadurch seine Erklärung finden, dass der Alkohol in Folge zu starken Trocknens im Vacuum über Schwefelsäure etwas von seinem Krystallwasser abgegeben hatte.

VII. Meta-Amido-Acetophenon.



Das Meta-Amido-Acetophenon wurde zuerst auf Veranlassung des Herrn Professor Engler¹ von P. Rummel² durch Reduction des krystallisirten Mono-Nitroacetophenons mittelst Zinn und Salzsäure dargestellt, untersucht und auch beschrieben. Später wurde dasselbe von K. Buchka³ ganz auf dieselbe Weise, und von Hunnius⁴ durch Reduction des Nitroacetophenonbromürs mittelst Zink und Salzsäure dargestellt.

Bei der Darstellung dieses Körpers verfuhr ich im Wesentlichen, wenige Abänderungen angenommen, nach der schon von Engler angegebenen Methode, wie folgt:

¹ cf. Ber. d. deutsch. chem. Ges. XI, pag. 932.

² cf. dessen Inauguraldissertation. Halle a. S. bei Gebauer-Schwetschke 1873.

³ cf. Ber. d. deutsch. chem. Ges. X, pag. 1714.

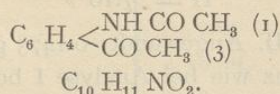
⁴ cf. ibid. X, pag. 2009.

Zur Amidirung wurden je 20 g Meta-Nitroaceto-phenon vom Schmelzpunkt 80—81° angewendet, in einem Kolben in absolutem Alkohol gelöst und dann langsam unter stetem Umschütteln abwechselnd rauchende Salzsäure und Zinnfolie zugegeben; der Prozess wurde so geleitet, dass nie höhere Erwärmung eintrat, als dass man den Kolben noch gut mit der Hand berühren konnte. Um die Beendigung des Reductionsprozesses zu constatiren, wurden von Zeit zu Zeit einige Tropfen der Flüssigkeit mit etwas Wasser verdünnt, wobei eintretende Trübung noch vorhandene Nitroverbindung anzeigte; die Amidoverbindung ist in Wasser löslich. Anstatt nun nach Beendigung der Amidirung das Amidoprodukt durch Zersetzen des entstandenen Zinndoppelsalzes mittelst Schwefelwasserstoff und Eindampfen der salzsauren Lösung, wie man bis jetzt verfuhr, zu gewinnen, wurde ein anderer Weg eingeschlagen, weil einerseits die vollständige Abscheidung des Zinns mit Schwefelwassertoff eine umständliche, zeitraubende und sehr unangenehme Operation ist und andererseits bei dem darauffolgenden Eindampfen der salzsauren Lösung sehr leicht Bräunung und theilweise Zersetzung eintritt.

Das wie oben angegeben erhaltene Product der Amidirung wurde deshalb folgendermassen weiterbehandelt. Nachdem durch Eindampfen auf dem Wasserbad auf etwa ein Drittel des Volums der meiste Alkohol vertrieben worden war, wurde mit Wasser verdünnt und durch Zusatz von Kalilauge im Ueberschuss alkalisch gemacht; hierauf schüttelte ich zweimal mit Aether aus, um den Haupttheil der Amidoverbindung zu erhalten, und alsdann wurde abfiltrirt,

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