

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

Acetophenon-Derivate

Edler, Robert

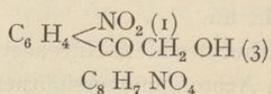
1884

VI. Meta-Nitroacetophenonalkohol

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

Resultat ohne die umständliche Darstellung jener Aether ergab.

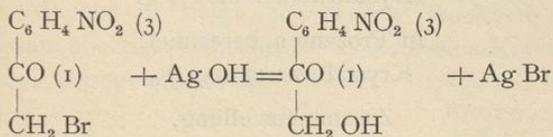
VI. Meta-Nitroacetophenonalkohol.



Der Alkohol des Meta-Nitroacetophenon wurde, analog dem Acetophenonalkohol, durch direktes Verseifen des Meta-Nitroacetophenonbromids mittelst feuchtem Silberoxyd dargestellt. Die Darstellungsweise war folgende:

Das Meta-Nitroacetophenonbromid wurde mit überschüssigem, frisch bereitetem Silberoxyd gut gemischt und mit möglichst wenig Wasser in einem Kolben am Rückflusskühler etwa eine Stunde lang zum gelinden Sieden erhitzt. Auch hier zeigte sich die beim Verseifen des Acetophenonbromids erwähnte, milchige Trübung, welche alsdann ebenfalls in das hier jedoch schwächer hervortretende Opalisiren überging. Nach Beendigung der Reaktion, die auch hier an der eintretenden Klärung zu erkennen ist, wird wiederholt mit heissem, absolutem Alkohol ausgekocht und abfiltrirt, wodurch man den Nitroalkohol in Lösung erhält. Die erhaltene Lösung dampft man etwas ein und verdünnt alsdann solange mit destillirtem Wasser, bis in der Wärme dauernde Trübung eintritt. Dann läst man langsam erkalten, worauf der Meta-Nitroacetophenonalkohol in schönen, perlmutterglänzenden, weissen Blättchen ausfällt, welche durch nochmaliges, möglichst sorgfältiges Umkrystallisiren aus verdünntem Alkohol gereinigt und in schönen

weisen, büschelförmig vereinigten, spiessigen Nadeln erhalten werden können. Der so gereinigte Meta-Nitroacetophenonalkohol hat den Schmelzpunkt 76.5 °; er ist in Alkohol und Aether leicht, in Wasser schwerer löslich und bildet sich nach der Gleichung:



Elementar-Analysen.

Die Substanz war über Schwefelsäure im Vacuum getrocknet.

I. Angewandt: 0.3510 g.

Erhalten:

0.6230 g CO₂ resp. 0.1699 g C
0.1360 g H₂O » 0.1511 g H.

In Procenten berechnet:

C = 48.40 %
H = 4.32 »

II. Angewandt: 0.3015 g.

Erhalten:

0.5345 g CO₂ resp. 0.1457 g C
0.1167 g H₂O » 0.0129 g H

In Procenten berechnet:

C = 48.35 %
H = 4.30 »

III. Angewandt: 0.1493 g.

Erhalten:

v = 9.4 ccm N
t = 21°
b = 754 mm

Hieraus: 0.0106 g N.

In Prozenten berechnet:

$$N = 7.10 \%$$

IV, Angewandt: 0.2570 g.

Erhalten:

Krystallwasser 0.0230 g.

In Prozenten berechnet:

$$\text{Krystallwasser } 8.94 \%$$

Zusammenstellung.

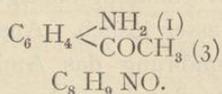
	Berechnet für	
	(C ₈ H ₇ O ₄ N)	(C ₈ H ₇ O ₄ N + H ₂ O)
Kohlenstoff	53.03	48.24
Wasserstoff	3.87	4.52
Stickstoff	7.73	7.03
Sauerstoff	35.37	31.17
Krystallwasser	—	9.04
	100.00	100.00

	Analyse I	Analyse II	Analyse III	Analyse IV
Kohlenstoff	48.40	48.35	—	—
Wasserstoff	4.32	4.30	—	—
Stickstoff	—	—	7.10	—
Sauerstoff	—	—	—	—
Krystallwasser	—	—	—	8.94

Aus vorstehenden Analysen geht hervor, dass der Meta-Nitroacetophenonalkohol, analog dem Ace-

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.