

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

Acetophenon-Derivate

Edler, Robert

1884

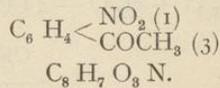
IV. Meta-Nitroacetophenon

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

Vergleichung.

	Analyse	für C ₈ H ₈ O ₂ berechnet
Kohlenstoff	69.87	70.58
Wasserstoff	6.20	5.88
Sauerstoff	23.93	23.54
	100.00	100.00

IV. Meta-Nitroacetophenon.



Die Nitrierung des Acetophenons wurde, wie zuerst von Emmerling und Engler gelegentlich ihrer Arbeit über das Indigblau angegeben¹, vermitteltst concentrirter Salpetersäure vom specifischen Gewicht 1.52 ausgeführt. Nach Mittheilung der Genannten entstehen beim Auflösen von Acetophenon in rauchender Salpetersäure ein krystallisirtes und ein syrupförmiges Mononitroderivat; ersteres bildet sich hauptsächlich in der Kälte, während letzteres am besten bei 45—50° entsteht.²

Da es demnach zur Erzielung einer möglichst günstigen Ausbeute an Metaverbindung hauptsächlich von Wichtigkeit ist, dass der Nitrierungsprozess bei möglichst niedriger Temperatur verläuft, so zog ich vor, auf folgende Weise zu verfahren:

¹ cf. Ber. d. deutsch. chem. Ges. III, pag. 886.

² cf. Engler. Chemiker-Zeitung de 1883 No. 89, pag. 1441.

Ferner:

Amtlicher Ber. d. 56. Vers. deutscher Naturforscher und Aerzte in Freiburg i./B., pag. 71.

In mit Marke versehene Reagensgläschen wurden je fünf Kubikcentimeter Nitrirsäure gegeben und dann zehn solcher Gläschen zusammen in eine Kältemischung gestellt. Hierzu liess ich nun aus einer mit Kühlwassermantel umgebenen Glashahnbürette je einen Kubikcentimeter Acetophenon möglichst langsam hinzutropfen; gleichzeitig wurde die Salpetersäure durch Einleiten eines trockenen Luftstromes in beständiger Bewegung erhalten.

Das Product der Nitrirung wurde hierauf unter raschem Umrühren in viel Wasser gegossen, in welchem Eis suspendirt war. Das Meta-Nitroacetophenon scheidet sich hier nach kurzer Zeit in Gestalt schöner weisser Flocken und Nadeln ab. Diese werden nach dem Abfiltriren getrocknet und zur weiteren Reinigung von der stets in geringer Menge mitgebildeten Orthoverbindung wiederholt aus Aether umkrystallisirt.

Nach dieser Methode erhielt ich, wie aus vielen vergleichenden Versuchen hervorging, eine durchschnittliche Mehrausbeute von 25 % gegenüber dem bisher im hiesigen chemisch-technischen Laboratorium angewendeten Verfahren. Die Ausbeute war nur unbedeutend besser, wenn man das Acetophenon in festem Zustande in die wie oben gekühlte Säure eintrug; dieselbe war jedoch stets geringer, wenn ich versuchte, statt der Reagensgläser grössere Gefässe anzuwenden, um grössere Quantitäten Acetophenon auf einmal nach diesem Verfahren zu nitriren; es bildete sich jeweils mehr von der braunen, syrupösen Orthoverbindung.

C₄H₆O₂
berechnet

70.58

5.88

23.54

100.00

wie zu
ich ihrer
ermittelt
Gewicht
enannten
rauchen-
n syrup-
h haupt-
n besten

möglichst
auptsäch-
prozess
so zog

g. 1441-

und Aerte