

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

**Beiträge zur Kenntnis des Einflusses negativer Atome
und Atomgruppen bei Derivaten des Acetonitrils und
Acetamids**

Steinkopf, Wilhelm

1910

Trichloracetimidomethyläther

[urn:nbn:de:bsz:31-270696](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-270696)

in heißem; beim Erkalten scheiden sie sich aus beiden Lösungsmitteln kristallinisch aus. In Äther sind sie wenig löslich. Nach dem Umkristallisieren aus Alkohol schmelzen sie bei 123° bis 124° unter Aufblähen und Schwarzwerden, nachdem schon vorher Bräunung eingetreten ist.

0,1705 g Substanz gaben 20,8 ccm N bei 22° und 756 mm.

0,2274 g Substanz gaben 0,2663 g AgJ.

	Berechnet für $C_4H_5ON_2J$:	Gefunden:
N	14,00	13,75 %
J	63,50	63,29 „

Die wäßrige Lösung reduziert auch nach längerem Kochen alkalisches Quecksilberchlorid nicht, wohl aber beim Kochen mit diesem zusammen. Mit verdünntem Natron oder Ammoniak gibt sie eine ziemlich lange anhaltende Grünfärbung, mit Eisenchlorid eine braune Färbung.

Die Acetylverbindung entsteht, wenn man 1 g des Amidoxims in 2 ccm Acetanhydrid unter ganz gelindem Erwärmen löst und die Lösung über Kali im Vakuum verdunsten läßt. Es resultiert ein in Wasser und Alkohol leicht, in kaltem Benzol schwer löslicher Körper, der nach dem Umkristallisieren aus heißem Benzol bei 103°—105° schmilzt.

0,1140 g Substanz gaben 11,9 ccm N bei 19° und 769 mm.

	Berechnet für $C_4H_7O_2N_2J$:	Gefunden:
N	11,57	12,10 %

Trichloracetimidomethyläther, $CCl_3 \cdot C(:NH)(OCH_3)$.

15 g Trichloracetonitril werden mit 40 ccm Methylalkohol 5 Stunden lang am Rückflußkühler auf dem Wasserbade zum Sieden erhitzt. Danach ist der stechende Geruch des Nitrils verschwunden und hat dem terpenartigen des Imidoäthers Platz gemacht. Nach dem Abdestillieren des Alkohols hinterbleibt ein farbloses Öl, das beim Rektifizieren zum größten Teil bei 148°—149° übergeht.

0,1322 g Substanz gaben 0,0967 g CO_2 und 0,0302 g H_2O .

0,1125 g Substanz gaben 7,4 ccm N bei 18° und 768 mm.

0,1357 g Substanz gaben 0,3294 g AgCl.

	Berechnet für $C_3H_4ONCl_3$:	Gefunden:
C	20,40	19,95 %
H	2,27	2,54 „
N	7,93	7,69 „
Cl	60,36	60,05 „

Trichloracetphenylamidin, $\text{CCl}_3 \cdot \text{C}(\text{NH}) \cdot (\text{NH} \cdot \text{C}_6\text{H}_5)$.

Trichloracetimidomethyläther wird mit der gleichen Menge Anilin 5—10 Minuten lang auf dem Wasserbade erhitzt. Zur Lösung des überschüssigen Anilins wird mit viel Wasser versetzt, wobei das Amidin zuerst ölig, bald kristallinisch erstarrend sich abscheidet. Es löst sich leicht in Äther, Alkohol und Chloroform, schwer in Ligroin und ist unlöslich in Wasser. Mit verdünntem Natron entwickelt es beim Erwärmen Geruch nach Phenylkarbylamin. Beim Umkristallisieren aus Ligroin resultieren prachtvoll glänzende, weiße Nadeln vom Schmelzpunkt 101° .

0,0999 g Substanz gaben 9,8 ccm N bei 19° und 770 mm.

0,1404 g Substanz gaben 0,2538 g AgCl.

Berechnet für $\text{C}_8\text{H}_7\text{N}_2\text{Cl}_3$:		Gefunden:
N	11,80	11,43 %
Cl	44,85	44,73 „

Die alkoholische Lösung des Amidins gibt mit Eisenchlorid eine gelbe Färbung. Durch Erhitzen mit Wasser im Rohr bei 100° wird es nicht verändert.

Das Hydrochlorid, $\text{CCl}_3 \cdot \text{C}(\text{NH}) \cdot \text{NH} \cdot \text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{HCl}$, entsteht beim Einleiten von trockenem Chlorwasserstoff in die ätherische Lösung des Amidins als weißes, kristallinisches Produkt, das bei 171° zu sintern und sich zu bräunen beginnt und bei 183° völlig geschmolzen ist.

0,1016 g Substanz gaben 0,2121 g AgCl.

Berechnet für $\text{C}_8\text{H}_7\text{N}_2\text{Cl}_3 \cdot \text{HCl}$:		Gefunden:
Cl	51,82	51,65 %

Nitroacetonitril.

Darstellung der Methazonsäure.

(Mitarbeitet von G. Kirchhoff.)

Zu einer auf 45° — 50° erwärmten Lösung von 20 g Ätznatron in 40 ccm Wasser läßt man 20 g Nitromethan¹⁾ im

¹⁾ Siehe Steinkopf, Ber. 41, 4457 (1908), u. Steinkopf u. Kirchhoff, das. 42, 3438 (1909).