

ein in prachtvollen Prismen krystallisirender Körper, über welchen demnächst berichtet werden soll.

Noch will ich bemerken, dass Hr. Wallach bereits früher diese letztere Reaction versucht hatte, aber so freundlich war, mir das Studium derselben zu überlassen, nachdem er von meiner ersten Mittheilung Kenntniss genommen.

417. E. Hepp: Ueber Azophenetol.

(Aus dem chem. Laboratorium der Akademie der Wissenschaften in München.)
(Eingegangen am 11. August; verl. in der Sitzung von Hrn. E. Salkowski.)

Während die Azoderivate von aromatischen Kohlenwasserstoffen und von aromatischen Säuren verhältnissmässig gut untersucht sind, wissen wir bis heutzutage nur sehr wenig über Azoderivate von aromatischen Alkoholen, und es schien mir deshalb ein Studium derselben nicht ohne Interesse.

Vor Allem versuchte ich einen Azobenzylalkohol darzustellen und zwar durch Reduction von Nitrobenzaldehyd mittelst Natriumamalgam. Dabei bildet sich in der That ein Oel, das alle Eigenschaften eines Azobenzylalkohols zeigt und auch bei der Analyse gute Zahlen ergab, dessen Untersuchung jedoch vorläufig aufgegeben wurde wegen der Schwierigkeit krystallisirte Derivate zu erhalten.

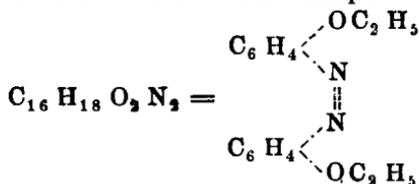
Bessere Resultate waren beim directen Reduciren von Nitrophenol kaum zu erwarten; dagegen ist es bekannt, dass die Aether des Phenols sich in vielen Hinsichten wie aromatische Kohlenwasserstoffe verhalten, und dies ist nun hier beim Nitrophenetol auch wirklich der Fall. Alle Reductionsmittel, welche aus Nitrobenzol Azobenzol erzeugen, veranlassen die Bildung von Azophenetol. Als am praktischsten hat sich jedoch die Anwendung von Zinkstaub und alkoholischer Kalilauge bewährt.

Man löst 1 Th. Nitrophenetol in 15 Th. Alkohol von etwa 90 pCt., giebt dazu unter Erwärmen am Rückflusskühler 3 Th. festen Kalihydrats und trägt, wenn sich Alles gelöst hat, Zinkstaub in kleinen Portionen ein. Es wird noch kurze Zeit gekocht und dann die warme Lösung abfiltrirt. Beim Erkalten scheidet sich das 1.4 Azophenetol zum grössten Theil aus und wird auf diese Weise sofort rein gewonnen.

Die Analyse ergab:

| | Berechnet. | | Gefunden. |
|-----------------|------------|---------|-----------|
| C ₁₆ | 192 | 71.11 | 71.03 |
| H ₁₃ | 18 | 6.66 | 6.79 |
| O ₃ | 32 | 11.86 | — |
| N ₂ | 28 | 10.37 | — |
| | <hr/> | <hr/> | |
| | 270 | 100.00. | |

Daraus ergibt sich die Formel eines Azophenetols



Der Körper bildet kleine, orangegelbe Blättchen, die bei 157° schmelzen und beim stärkeren Erhitzen unzersetzt destilliren. Er ist unlöslich in Wasser, leicht löslich dagegen in Aether, in Benzol und in heissem Alkohol.

Bekanntlich hat schon Jäger¹⁾ durch Erhitzen von Nitrosophenol mit Kalihydrat bei 180° einen Körper von der Zusammensetzung eines Azophenols erhalten; hat nun bei der Kalischmelze keine Umlagerung stattgefunden, so muss der Körper mit dem von mir erhaltenen Produkte im nahen Zusammenhange stehen und dies ist auch leicht zu beweisen.

Rohes Azophenol wurde in Kalilauge gelöst, das überschüssige Kalihydrat mit Kohlensäure gesättigt und das zur Trockne eingedampfte Gemisch mit abs. Alkohol ausgezogen. Aus dem so dargestellten Kalisalz wird nun das Silbersalz bereitet, das trockene Silbersalz mit Jodäthyl am Rückflusskühler erhitzt, die Masse mit Aether ausgezogen und schliesslich der Aether mit verdünnter Natronlauge geschüttelt. Man erhält so aus der ätherischen Lösung reines Azophenetol mit allen den schon beschriebenen Eigenschaften. Zum Ueberfluss wurde der Körper analysirt. (Gefunden: C 70.76 pCt.; H 6.72 pCt.)

Auch umgekehrt gelingt es aus dem Azophenetol wieder Azophenol darzustellen. Zwar wird der Körper von schmelzendem Kali nicht angegriffen; erhitzt man ihn aber mit Salzsäure im zugeschmolzenen Rohre bei 180°, so spaltet sich Chloräthyl ab und man erhält nach dem üblichen Reinigungsverfahren Azophenol mit allen den von Jäger beschriebenen Eigenschaften.

Weitere Untersuchung bleibt vorbehalten.

In derselben Weise wie das 1.4 Azophenetol wird auch das 1.2 Produkt aus dem betreffenden Nitrophenetol gewonnen; nur ist es hier, wegen der grossen Löslichkeit des Körpers in Alkohol, sehr zweckmässig die vom Zinkstaub abfiltrirte Lösung direct in Wasser zu giessen. Auch das auf diese Weise abgeschiedene Produkt ist sofort rein.

Die Ausbeute ist beinahe quantitativ.

¹⁾ Diese Berichte VIII, 1499.