

körper, aber in so geringer Menge, dass die Vermuthung nahe liegt, er sei dem als rein betrachteten Propylpseudonitrol schon vor der Behandlung mit Hydroxylamin als Verunreinigung beigemischt gewesen.

Z ü r i c h. Chem.-analyt. Laboratorium des Polytechnicums.

276. M. Scholtz: Ueber den Aldehyd der Piperinsäure.

[Aus dem chemischen Institut der Universität Breslau.]

(Eingegangen am 28. Mai.)

Wie die Condensation des Piperonals mit Acetaldehyd zum Piperonylacrolein: $\text{CH}_2\text{O}_2:\text{C}_6\text{H}_3.\text{CH}:\text{CH}.\text{CHO}$ geführt hatte¹⁾, so musste sich, wenn sich Piperonylacrolein wiederum mit Acetaldehyd condensiren liess, die Darstellung des der Piperinsäure entsprechenden Aldehyds: $\text{CH}_2\text{O}_2:\text{C}_6\text{H}_3.\text{CH}:\text{CH}.\text{CH}:\text{CH}.\text{CHO}$ ermöglichen lassen. Nachdem verschiedene Versuche, diese Condensation herbeizuführen, resultatlos verlaufen waren, erwies sich schliesslich das folgende Verfahren als erfolgreich. 5 g Piperonylacrolein wurden in 50 g Alkohol gelöst, 10 g Aldehyd hinzugefügt und die Mischung bis zur beginnenden Trübung mit Wasser versetzt. Sodann wurden unter sorgfältiger Kühlung und fortwährendem Schütteln 4 g 10 pCt. Natronlauge hinzugefügt. Vermeidet man die Kühlung, so erwärmt sich die Mischung und wird braun, arbeitet man aber in der Kälte, so wird die Lösung nach kurzer Zeit ziegelroth, während sich ein ebenso gefärbtes Oel abscheidet. Nach 24 Stunden wurde die über dem Oel stehende Flüssigkeit abgegossen und das Oel durch mehrmaliges Durchschütteln mit Wasser gewaschen. Schliesslich wurde es in Aether gelöst und die ätherische Lösung mit einer concentrirten Lösung von Natriumbisulfit geschüttelt. Die ausgeschiedene krystallinische Verbindung wurde abgesaugt und durch Schwefelsäure zerlegt. Es schied sich hierbei ein anfangs öliges, bald erstarrender Körper ab, der aus Alkohol umkrystallisirt, in rothen Blättchen erhalten wird. Der Schmelzpunkt der Verbindung liegt bei 89—90°.

Analyse: Ber. für $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{O}_3$.

Procente: C 71.28, H 4.95.

Gef. » » 71.46, » 5.27.

Mit concentrirter Schwefelsäure giebt der Aldehyd dieselbe blutrothe Färbung, wie die Piperinsäure.

Wird die alkoholische Lösung des Aldehyds mit Phenylhydrazin versetzt, so entsteht nach kurzer Zeit ein braunrother, scheinbar

¹⁾ Diese Berichte 27, 2958.

amorpher Niederschlag. Derselbe löst sich in heissem Alkohol nur in sehr geringer Menge und hinterbleibt beim Verdunsten des Alkohols in ziegelrothen Wärrchen. Besser eignet sich zum Umkrystallisiren der Verbindung Eisessig, aus dem man sie in rothen Nadeln erhält.

Wie die Analyse zeigt, liegt das Phenylhydrazon des Piperinsäurealdehyds vor.

Analyse: Ber. für $C_{12}H_{10}O_2:N_2HC_6H_5$.

Procente: C 73.97, H 5.47, N 9.58.

Gef. » » 73.69, » 5.72, » 9.78.

Das Phenylhydrazon beginnt bei 180° sich zu schwärzen und schmilzt bei $190-192^{\circ}$.

Berichtigung:

Jahrgang 28, Heft 9, S. 1137, Z. 18 v. o. lies: »200 g« statt »500 g«.
