

Wir sind gegenwärtig mit dem Studium der Reaktionsbedingungen beschäftigt, die uns zur Darstellung der Verbindung $C_{21}H_{28}O_{16}$ führen könnten, da dieses uns als Ausgangsproduct zu einer Reihe von uns in Aussicht genommener synthetischer Reactionen dienen soll.

572. O. Hinsberg und F. König: Zur Darstellung von Orthophenylendiamin.

(Eingegangen am 19. November.)

Wir erlauben uns im Folgenden eine seit einer Reihe von Jahren von uns erprobte Darstellungsmethode für *o*-Phenylendiamin zu beschreiben, welches es erlaubt, diese Substanz innerhalb kurzer Zeit in beliebiger Menge und in guter Ausbeute herzustellen.

Man löst 50 g *o*-Nitrانilin in 100—150 ccm siedendem Alkohol, fügt 40 ccm einer 20 procentigen Natronlauge hinzu und trägt nun Zinkstaub in kleinen Quantitäten ein. Die Reaction verläuft ziemlich heftig und schreitet, wie sich durch das Aufwallen der Flüssigkeit zu erkennen giebt, ohne äussere Erwärmung weiter fort, wenn man sie durch häufiges Eintragen von Zinkstaub und Umschütteln unterhält. Ist nach einiger Zeit die zugefügte Natronlauge aufgebraucht — man erkennt dies daran, dass beim Zusatz einer neuen Portion Zinkstaub kein vermehrtes Aufwallen erfolgt —, so fügt man neuerdings 10 ccm Natronlauge hinzu, erwärmt zum Sieden und führt die Reduction in der früheren Weise durch Zufügen von Zinkstaub weiter. Der Zusatz von Natronlauge — je 10 ccm — muss noch ein- oder zweimal wiederholt werden. Die Reaction ist, beiläufig nach ungefähr einer Stunde, beendet, wenn die roth-gelbe Farbe der Lösung in ein schwaches Hellbraun übergegangen ist. Man filtrirt dann und kocht den zinkhaltigen Rückstand zweimal mit Alkohol aus. Die vereinigten alkoholischen Lösungen werden im Wasserstoffstrom auf dem Wasserbade bis zum Verschwinden des Alkohols erwärmt. Das zurückbleibende *o*-Phenylendiamin erstarrt nach dem Erkalten zu einer krystallinischen Masse, welche man zerschlägt, auf einem Thonteller trocknet und hierauf destillirt. Ausbeute beim vorsichtigen Arbeiten bis über 90 pCt. der Theorie.

Die Methode eignet sich auch zur Reduction anderer Amidonitroderivate des Benzols und Naphtalins z. B. des Nitrophenetidins¹⁾. Weniger günstig waren unsere Erfolge bei den alkylirten *o*-Nitrانilinen.

Genf. Universitätslaboratorium.

¹⁾ W. Autenrieth und O. Hinsberg: Archiv f. Pharm. 29, Heft 6.