

versucht, ob Jodacetal vielleicht reactionsfähiger wäre; leider war dies nicht der Fall. Zur Darstellung des bisher noch nicht bekannten Jodacetals wurden in 36 g Acetal und 8 g feingepulverte Jodsäure im Lauf einer Woche unter Kühlung mit Wasser von 10–15° und oftmaligem Umschütteln 20 g Jod eingetragen. Die dunkelgefärbte Flüssigkeit wurde sodann in Wasser gegossen, mit Aether aufgenommen und mit verdünntem Natriumbisulfit bis zur Entfärbung geschüttelt, hierauf mit Sodalösung versetzt und von dem wässrigen Theil getrennt. Nach dem Verjagen des Aethers wurde der Rückstand im luftverdünnten Raume fractionirt. Ausbeute ca. 10 g.

Monojodacetal, $\text{JCH}_2 \cdot \text{CH}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$,

eine wasserhelle Flüssigkeit vom spec. Gewicht 1.4944 bei 15° siedet bei ca. 190° unter Zersetzung, unter einem Druck von

90 mm bei 132°

50 mm bei 115°

10 mm bei 100° unzersetzt.

Analyse: Ber. für $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{O}_2\text{J}$.

Procente: C 29.50, H 5.32, J 52.05.

Gef. » » 28.14, 29.53, » 5.18, 5.24, » 51.39, 52.09.

Ein Versuch, Jod in analoger Weise auf Methylal einwirken zu lassen, misslang. Ueber die Einwirkung von Monochloracetal sowie von Dichloracetal auf zweiwerthige Phenole, mit deren Untersuchung ich mich gegenwärtig beschäftige, wird später berichtet werden.

252. M. Rogow: Ueber einige Anilide der Phtalsäure.

(Eingegangen am 9. Juni; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Marckwaldt.)

Das einfachste Anilid der Phtalsäure, Phtalanilid, $\text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{C}_2\text{O}_2 \cdot (\text{NHC}_6\text{H}_5)_2$, ist noch nicht beschrieben worden. Dieser Körper, sowie das Phtalpsendocumidid und Dimethylphtalanilid wurden von mir durch Einwirkung von Phtalylchlorid auf die betreffenden Basen erhalten. Da die genannten Anilide durch Säuren in der Wärme zersetzlich sind, so wurde bei ihrer Darstellung eine Menge Base, die nicht nur zur Bildung der Anilide, sondern auch zur Neutralisation der sich entwickelnden Salzsäure hinreicht, genommen; ausserdem wurde durch eine Kältemischung für gute Kühlung gesorgt. Es hat sich auch als vortheilhaft erwiesen, um die Körper besser aufeinander einwirken zu lassen und die Producte leichter rein zu erhalten, ein Lösungsmittel anzuwenden. Wird Alkohol als Lösungsmittel gebraucht, so gestaltet sich die Darstellung des Phtalanilids folgendermaassen: 15 g Anilin werden in 50 ccm Alkohol gelöst und zu der Lösung, die

mit Eis und Kochsalz gekühlt wird, 5 g Phtalylchlorid zugetröpfelt; das Reactionsproduct wird ein paar Stunden in der Kältemischung stehen gelassen, dann abgesaugt, 3-mal mit Alkohol bei Zimmertemperatur digerirt und schliesslich aus viel heissem Alkohol umkrystallisirt.

Analyse: Ber. für $C_{20}H_{16}N_2O_2$.

Procente: C 75.95, H 5.06, N 8.86.

Gef. » » 75.63, 75.64, » 5.26, 5.28, » 9.14, 8.94.

Phtalanilid schmilzt unter Zersetzung bei 231° . Der Körper ist sehr schwer löslich in Chloroform und Aether; in Alkohol, Benzol und Aethylacetat ist er in der Kälte sehr schwer, in der Hitze etwas leichter löslich und wird aus diesen Medien beim Erkalten in Flocken, die aus Nadelchen bestehen, abgeschieden. Wird Phtalanilid 15 Minuten mit 95-procentiger Essigsäure gekocht, so scheidet sich beim Erkalten der Lösung ein Körper ab, der sublimirbar ist und dabei Nadeln bildet, die bei 205° schmelzen, also Phtalanil darstellt.

Phtalpseudocumidid, $C_6H_4 \cdot C_2O_2 \cdot (NH \cdot C_6H_2(CH_3)_2)_2$.

Darstellung, wie beim Phtalanilid. Als Lösungsmittel wurden 100 ccm Alkohol angewendet.

Analyse: Ber. für $C_{26}H_{28}N_2O_2$.

Procente: C 78.00, H 7.00, N 7.00.

Gef. - » » 77.95, 78.05, • 7.09, 7.45, » 7.30.

Phtalpseudocumidid schmilzt bei 227° . In Chloroform ist es nicht schwer löslich, in Aether sehr schwer; in Alkohol, Benzol und Aethylacetat in der Kälte sehr schwer, in der Hitze etwas leichter löslich. Es krystallisirt in Nadelchen.

Dimethylphtalanilid, $C_6H_4 \cdot C_2O_2 \cdot (N(CH_3)C_6H_5)_2$.

15 g Methylanilin werden in 25 ccm Alkohol gelöst und zu der gekühlten Lösung 5 g Phtalylchlorid zugetröpfelt; das Reactionsproduct wird bis zum nächsten Tag stehen gelassen, abgesaugt, 3-mal mit Alkohol digerirt und aus nicht viel heissem Alkohol umkrystallisirt.

Analyse: Ber. für $C_{22}H_{20}N_2O_2$.

Procente: C 76.75, H 5.81, N 8.14.

Gef. » » 76.56, 76.68, » 5.84, 6.06, » 7.84.

Dimethylphtalanilid schmilzt bei $177-177\frac{1}{2}^{\circ}$. In Chloroform, Aether, Benzol, Aethylacetat und heissem Alkohol ist es leicht löslich, in kaltem Alkohol ziemlich schwierig. Es krystallisirt in Nadeln.