

Kenntnissnahme der Eigenschaften des in der folgenden Mittheilung beschriebenen *p*-Dimethoxybenzhydrols nur so viel aussagen, dass sie nicht identisch sind mit *p*-Dimethoxy- bzw. *p*-Diäthoxy-Benzhydrol. Möglicherweise liegen Di-*o*- oder *o-p*-Verbindungen vor.

125. Hans Schnackenberg und R. Scholl: Ueber das  
*p*-Dimethoxybenzhydrol.

[Aus dem chemischen Laboratorium der techn. Hochschule Karlsruhe.]

(Eingegangen am 5. Februar 1903.)

Das *p*-Dimethoxybenzhydrol haben wir dargestellt, um festzustellen, ob es mit der am Schluss der beiden vorhergehenden Mittheilungen beschriebenen halochromen Base  $C_{15}H_{16}O_3$  aus Anisol, Knallquecksilber und Aluminiumoxychlorid identisch sei.

*p*-Dimethoxybenzophenon,  $C_6H_4(OCH_3).CO.C_6H_4.OCH_3$ .

*p*-Dimethoxybenzophenon ist zuerst von Boesler<sup>1)</sup> durch Oxydation von Anisilsäure und durch Methyliren des *p*-Dioxybenzophenons, später von Gattermann<sup>2)</sup> aus *p*-Dimethoxythiobenzophenon mit alkoholischem Kali, zuletzt von Fritsch und Feldmann<sup>3)</sup> durch Oxydation von Dianisyllessigsäure erhalten worden. Wir haben es in einfachster Weise aus Anisol und Anissäurechlorid mit Aluminiumchlorid in Schwefelkohlenstoffverdünnung bereitet. Das Rohproduct wurde aus heissem Alkohol umkrystallisirt. Schmp.  $144^{\circ}$ .

0.1420 g Subst.: 0.3869 g  $CO_2$ , 0.0752 g  $H_2O$ .

$C_{15}H_{14}O_3$ . Ber. C 74.38, H 5.78.

Gef. » 74.31, » 5.88.

Mit Hydroxylamin in alkalisch-alkoholischer Lösung liefert es das schon von Gattermann (l. c.) aus Dianisylthioketon mit Hydroxylamin erhaltene *p*-Dimethoxybenzophenonoxim vom Schmp.  $133^{\circ}$  (ber. N 5.45, gef. N 5.62) Aus diesem erhielten wir bei der Beckmann'schen Umlagerung mittels Phosphorpentachlorid und Wasser das Anissäureanisylamid (Anissäureanisid),  $C_6H_4(OCH_3).CO.NH.C_6H_4.OCH_3$ , als eine, aus heissem Alkohol in glänzenden Blättchen krystallisirende Verbindung vom Schmp.  $202^{\circ}$ , die sich wie das *p*-Dimethoxybenzophenon in concentrirten Säuren mit rother Farbe löst.

0.1439 g Subst.: 7 ccm N ( $17^{\circ}$ , 762 mm).

$C_{15}H_{15}O_3N$ . Ber. N 5.45. Gef. N 5.66.

<sup>1)</sup> Diese Berichte 14, 328 [1881].    <sup>2)</sup> Diese Berichte 28, 2870 [1895].

<sup>3)</sup> Ann. d. Chem. 306, 86 [1899].

*Hydrazon*,  $C_6H_4(OCH_3).C(:N.NH.C_6H_5).C_6H_4.OCH_3$ .

Das Hydrazon entsteht durch 6-stündiges Kochen von 2 Th. *p*-Dimethoxybenzophenon in Alkohol mit 1 Th. Phenylhydrazin auf dem Wasserbade. Es wurde aus heissem Alkohol umkrystallisirt. Schmp. 123—124°.

0.2201 g Sbst.: 16.9 ccm N (20°, 750 mm).

$C_{21}H_{20}O_2N_2$ . Ber. N 8.43. Gef. N 8.67.

*p*-Dimethoxybenzhydrol,  $C_6H_4(OCH_3).CH(OH).C_6H_4.OCH_3$ .

15 g *p*-Dimethoxybenzophenon werden nach dem von Zagoumeny<sup>1)</sup> zur Reduction des Benzophenons empfohlenen Verfahren mit einer Lösung von 5 g Aetzkali in 25 g 95-procentigem Alkohol und mit 10 g Zinkstaub 2 Stunden unter häufigem Umschütteln auf dem Wasserbade am Rückflusskühler zum Sieden erhitzt. Nach Hinzufügen von verdünntem Alkohol wird heiss filtrirt und das aus dem Filtrate ausgeschiedene, in den meisten Lösungsmitteln schon in der Kälte leicht, in Ligroin dagegen auch in der Hitze sehr schwer lösliche Hydrol durch Umkristallisiren aus einer heissen Aether-Ligroin-Mischung gereinigt. Schmp. 72°.

0.1271 g Sbst.: 0.3440 g CO<sub>2</sub>, 0.0768 g H<sub>2</sub>O.

$C_{15}H_{16}O_3$ . Ber. C 73.77, H 6.56.

Gef. » 73.81, » 6.71.

*p*-Dimethoxybenzhydrol löst sich zwar in conc. starken Säuren mit rother Farbe, liefert aber kein festes Chlorhydrat, kann also mit der Verbindung aus Anisol, Knallquecksilber und Aluminiumoxychlorid nicht identisch sein.

*Acetylderivat*,  $C_6H_4(OCH_3).CH(O.CO.CH_3).C_6H_4.OCH_3$ .

Das Hydrol wird mit der halben Gewichtsmenge Essigsäureanhydrid 1 Stunde auf 100° erhitzt, die Lösung mit Wasser versetzt und mit verdünnter Natronlauge geschüttelt, bis das ausgeschiedene Oel unter gleichzeitigem Verschwinden des Anhydridgeruches erstarrt. Die Acetylverbindung ist spielend löslich in kaltem Chloroform, so gut wie unlöslich in Ligroin und wird durch Umkristallisiren aus einem Chloroform-Ligroin-Gemisch gereinigt. Schmp. 83.5°.

0.1304 g Sbst.: 0.3392 g CO<sub>2</sub>, 0.0788 g H<sub>2</sub>O.

$C_{17}H_{18}O_4$ . Ber. C 71.32, H 6.29.

Gef. » 70.94, » 6.71.

<sup>1)</sup> Ann. d. Chem. 184, 175 [1877].