

245. Gustav Koller: Darstellung substituierter Succinimide in wässriger Lösung.

[Aus dem Laboratorium für chemische Technologie organischer Stoffe an der k. k. technischen Hochschule zu Wien.]

(Eingegangen am 5. April 1904.)

Gelegentlich einer grösseren Arbeit war die Herstellung substituierter Succinimide nöthig, und nach mehreren Versuchen wurde eine Methode gefunden, dieselben in bedeutend reinerem Zustande auf einfachere Weise als bisher darzustellen.

Menschutkin (Ann. d. Chem. 162, 166) erhielt Succinanil, indem er äquimolekulare Mengen Bernsteinsäure und Anilin mit einander erhitzte und das sich bildende Wasser immer abdestillirte. Sell (Ann. d. Chem. 126, 166) stellte auf gleiche Weise Tolylsuccinimid dar. β -Naphtylsuccinimid wird nach Pellizzari und Matteucci (Ann. d. Chem. 248, 159) durch langsames Erhitzen von β -Naphtylamin und Bernsteinsäure auf 200° erhalten.

Hübner (Ann. d. Chem. 209, 380) stellt α -Naphtylamin durch Erhitzen von Bernsteinsäure und α -Naphtylamin auf 190° dar. Wie Hübner (Ann. d. Chem. 209, 373) angiebt, gewann er Succinanil, indem er ein Mol.-Gew. Bernsteinsäure mit einem Mol.-Gew. Anilin so erhitzte, dass das sich bildende Wasser überdestilliren konnte; er scheint also befürchtet zu haben, dass die Gegenwart von Wasser bei der Succinanilbildung irgendwie hinderlich sei. Nun wurde gefunden, dass beim Kochen einer wässrigen Suspension von primären Aminen und Bernsteinsäureanhydrid sich glatt substituierte Succinimide bilden, die sich besonders durch grosse Reinheit auszeichnen. Es geht also hier, entgegen der Voraussicht, bei Gegenwart von Wasser die Bildung von Succinimiden der Bildung der Bernsteinsäure aus dem Anhydrid voran. Wenngleich die Ausbeuten bis jetzt nur 60—70 pCt. betragen, so ist die Methode doch in Fällen, wo es sich um rasche Beschaffung reinen Materials handelt, jedenfalls mit Erfolg verwendbar.

Es wurden auf diese Weise dargestellt:

1. Phenyl-succinimid.

9.3 g Anilin wurden mit 10 g Bernsteinsäureanhydrid und 200 ccm Wasser unter Rückflusskühlung solange gekocht, bis eine Probe mit Nitrit versetzt, keine oder nur höchstens noch eine schwache Diazo-reaction zeigte. Das gebildete Phenylsuccinimid, im kochenden Wasser gelöst, scheidet sich beim Erkalten in sehr schönen Nadeln aus. Die Nadeln werden noch mit verdünnter Sodalösung gewaschen und zeigen, einmal aus Wasser ungelöst, den Schmp. 155°.

0.1920 g Sbst.: 0.4845 g CO₂, 0.0880 g H₂O.
 C₁₀H₉O₂N. Ber. C 68.6, H 5.1.
 Gef. » 68.8, » 5.05.

2. *p*-Tolyl-succinimid.

11 g *p*-Toluidin wurden mit 10 g Bernsteinsäureanhydrid und 200 g Wasser am Rückflusskühler solange gekocht, bis eine entnommene Probe fast keine Diazoreaction mehr gab. Beim Erkalten schied sich das gebildete Reactionsproduct in grossen Nadeln aus, die, mit verdünnter Sodalösung gewaschen, den Schmp. 150° ergaben. Zur Analyse wurden sie nochmals aus Wasser umgelöst.

0.1914 g Sbst.: 0.4873 g CO₂, 0.1008 g H₂O.
 C₁₁H₁₁O₂N. Ber. C 69.8, H 5.8.
 Gef. » 69.43, » 5.85.

3. β -Naphthyl-succinimid.

14 g β -Naphthylamin wurden mit 10 g Bernsteinsäureanhydrid und 200 ccm Wasser unter Rühren 10 Stunden lang unter Rückflusskühlung gekocht. Nach dem Erkalten wird das als krystallinischer Niederschlag ausgeschiedene β -Naphthylsuccinimid mit kalter, verdünnter Sodalösung gewaschen und aus verdünntem Alkohol umkrystallisirt. Schmp. 183°.

0.1035 g Sbst.: 0.2837 g CO₂, 0.0523 g H₂O.
 C₁₄H₁₁O₂N. Ber. C 74.7, H 4.9.
 Gef. « 74.68, » 5.60.

Wien, am 1. April 1904.

246. H. Apitzsch: Ueber die Einwirkung von Schwefelkohlenstoff und Aetzkali auf Dibenzylketon.

(I. Mittheilung aus dem Pharmac.-chem. Institut der Universität Erlangen).
 (Eingegangen am 13. April 1904.)

Lässt man Schwefelkohlenstoff bei Gegenwart von gepulvertem Aetzkali auf Desoxybenzoïn einwirken, so entsteht das von Bergreen¹⁾ aus Desoxybenzoïn mittels Thiophosgen und Natriumäthylat zuerst dargestellte Thiocarbonyldesoxybenzoïn, C₆H₅.C(CS).CO.C₆H₅, der einfachste Vertreter der von Victor Meyer²⁾ und seinen Schülern

¹⁾ Diese Berichte 21, 350 [1888].

²⁾ Diese Berichte 21, 353 [1888]; 23, 1571 [1890]; 24, 3535 [1891]; 25, 1728 [1892]; 25, 2239 [1892].