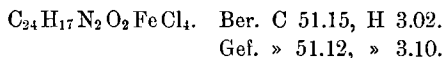


Diacetyl-leuko-rosindon und Salze des 6-Acetoxy-phenyl-naphthophenazoniums.

Diacetyl-leuko-rosindon (Formel IV der Einleitung) wurde durch Reduktion von Rosindon mit Zinkstaub und Essigsäureanhydrid nur in undeutlich krystallisiertem Zustand erhalten. Es zeigte sich in Alkohol und Eisessig sehr leicht löslich, wurde aber durch Oxydation seiner Eisessiglösung mit Eisenchlorid in schön krystallisiertes Eisenchlorid-doppelsalz des 6-Acetoxy-phenyl-naphthophenazoniums verwandelt (Formel VI der Einleitung). Dieses gab nach dem Waschen mit Eisessig und Trocknen bei 100—110° die folgenden Zahlen:



In Wasser und Alkohol löst sich dieses Salz leicht mit citronengelber Farbe und starker gelbgrüner Fluorescenz. Längeres Stehen oder Aufkochen zersetzt die Lösungen unter Bildung von Rosindon. Auf Zusatz von Natriumacetat entsteht Rosindon nur langsam. Die wäßrige Lösung schmeckt deutlich bitter. Englische Schwefelsäure löst mit grüner Farbe, welche in durchfallendem Licht purpurrot erscheint und durch Verdünnen mit Eis über rot in gelb übergeht.

Mülhausen i. E., Chemie-Schule, 1. Dezember 1907.

4. L. Rügheimer und P. Schön: Über Benzylamido-acetal und Analoge.

[Vorläufige Mitteilung aus dem Chem. Institut der Universität Kiel.]

(Eingegangen am 13. Dezember 1907.)

Eine im vorletzten Heft dieser Berichte von Wohl und Lange¹⁾ veröffentlichte, die Einwirkung von Anilin auf Chloracetal betreffende Untersuchung, welche ein von uns seit einiger Zeit bearbeitetes Gebiet streift, veranlaßt uns zu dieser kurzen Mitteilung über eine noch sehr unfertige Arbeit. Es handelt sich um die Einwirkung von Benzylamin und analogen Aminen auf Chloracetal und das Verhalten der entstehenden Acetale.

Erhitzt man gleiche Mengen Benzylamin und Chloracetal auf 130—140°, setzt nach dem Erkalten durch Zugabe von Wasser und Natronlauge die Basen in Freiheit und äthert aus, so lassen sich nach dem Entfernen des Äthers durch Destillation unter 14 mm Druck

¹⁾ Diese Berichte 40, 4727 [1907].

zwei Fraktionen isolieren, eine von 60—150° (Benzylamin und unverändertes Chloracetal) und eine zwischen 150—160° siedende. Bei nochmaliger Destillation der letzteren unter gleichem Druck geht fast alles bei 153—155° über. Analyse, Siedepunkt und sonstiges Verhalten lassen es nicht zweifelhaft, daß in dem erhaltenen Öl Benzylamino-acetal vorliegt, das bereits früher von E. Fischer¹⁾ durch Reduktion des Benzalacetalamins erhalten worden ist. Die Ausbeute ist sehr befriedigend. Aus dem Vorlauf kann leicht das unveränderte Amin wiedergewonnen werden.

Wir haben weiter Veratrylamin auf Chloracetal einwirken lassen. Die Reaktion wird hier am besten im siedenden Wasserbade ausgeführt. Mit der Untersuchung des betreffenden Acetals sind wir z. Z. beschäftigt. In diesem Falle war vorher ein Verfahren zur Beschaffung größerer Mengen Veratrylamin auszuarbeiten. Dasselbe ist als solches bis jetzt noch nicht dargestellt. Juliusberg²⁾ hat das salzsaure Salz beschrieben. Er erhielt es durch Reduktion des Methylvanillinoxims mit Natriumamalgam in essigsaurer Lösung und Einleiten von Salzsäure in eine ätherische Lösung der so erhaltenen Base. Ein Versuch zeigte uns, daß der Körper auf diesem Wege alsbald sehr rein, jedoch in wenig befriedigender Ausbeute erhalten wird. Wir fanden es vorteilhaft, die Reduktion des Oxims durch Zinkstaub und 50-proz. Essigsäure zu bewirken. Wir haben so eine Ausbeute von 70 % Veratrylamin zu erzielen vermocht und glauben durch geeignete Modifikation des eingeschlagenen Verfahrens dieselbe noch steigern zu können. Neben dem primären Amin entsteht hauptsächlich das sekundäre $[\text{C}_6\text{H}_3(\text{OCH}_3)_2\cdot\text{CH}_2]_2\text{NH}$. Das letztere findet sich in den unter 14 mm Druck oberhalb 250° übergehenden, in der Kälte erstarrenden Anteilen des Basengemisches, während das Veratrylamin unter gleichem Druck gegen 160° siedet und ein stark basisches, mit den Wasserdämpfen etwas, wenn auch wenig flüchtiges Öl bildet.

Die Untersuchung wird fortgesetzt.

¹⁾ E. Fischer, diese Berichte **26**, 467 [1893].

²⁾ Juliusberg, diese Berichte **40**, 120 [1907].
