

0.1889 g Sbst.: 0.6112 g CO₂, 0.0998 g H₂O.

C₂₀H₁₆O. Ber. C 88.24, H 5.89.

Gef. » 88.24, » 5.92.

Gelbrotes, zähes Öl krystallisiert nicht in der Kältemischung. Mit konzentrierter Schwefelsäure bildet sich eine gelbe, feste Masse, die zum Teil in Lösung geht und mit Wasser wieder intensiv gelb gefällt wird.

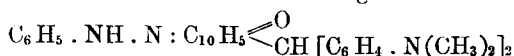
Die Untersuchungen werden fortgesetzt.

Organ. Laboratorium der Techn. Hochschule zu Berlin.

182. Richard Möhlau: Ueber die Konstitution des acetylierten Kondensationsproduktes von Benzol-azo- α -naphthol mit Tetramethyldiamido-benzhydrol.

(Eingegangen am 17. März 1908.)

Gemeinsam mit E. Kegel¹⁾ habe ich durch Kondensation von Benzol-azo- α -naphthol mit Michlerschem Hydrol eine Verbindung erhalten, welche wir deshalb nicht als ein Azoprodukt angesprochen haben, weil ihr Acetylderivat uns bei der Reduktion Acetanilid und ein Amidonaphtholderivat lieferte. Wir betrachteten sie daher als ein Hydrazon von der Zusammensetzung



und wurden zu dieser Auffassung auch durch die Beobachtung gedrängt, daß sich Phenylhydrazin mit α -Naphthochinon-tetramethyldiamidodiphenylmethan zu einer mit jener identischen Verbindung vereinigte.

Hr. Auwers hatte die Güte, mich vor einiger Zeit davon in Kenntnis zu setzen, daß nach seiner Erfahrung die Reduktion des oben erwähnten Acetylderivates mit Zinkstaub und Essigsäure insofern anders verlaufe, als er keine Spur Acetanilid, dagegen reichlich Anilin erhalten habe. Inzwischen haben K. Auwers und F. Eisenlohr über ihre Untersuchungen berichtet²⁾.

Die Nachprüfung der Angaben jener Forscher hat deren völlige Richtigkeit ergeben.

Nachdem festgestellt worden war, daß Acetanilid bei der Behandlung mit Zinkstaub auch in einer mit Wasser etwas verdünnten essigsäuren Lösung bei Wasserbadtemperatur nicht verändert wird, wurde die auf dem Wasserbade erhitzte Lösung des Acetylderivates in Eisessig mit soviel heißem Wasser

¹⁾ Diese Berichte **33**, 2858 [1900].

²⁾ Diese Berichte **41**, 415 [1908].

versetzt, daß die Substanz noch gerade in Lösung blieb, worauf unter weiterem Erwärmen Zinkstaub bis zu ihrer völligen Veränderung hinzugefügt wurde. Man erkennt dies daran, daß mit der Lösung getränktes Filtrierpapier sich beim Betupfen mit konzentrierter Schwefelsäure nicht mehr violett-rot färbt. Unter diesen Umständen vollzieht sich die Reduktion schneller als bei gewöhnlicher Temperatur in eisessigsaurer Lösung. Die filtrierte Lösung wurde allmählich mit Wasser verdünnt. Hierbei fiel ein heller, amorpher Körper aus, welcher abfiltriert und mit heißem und dann mit kaltem Wasser gründlich ausgewaschen wurde. Das Filtrat enthielt kein Acetanilid, wohl aber Anilin (Chlorkalkprobe, Tribromanilinbildung).

Da die amorphe Verbindung aschefrei war und durch Umlösen aus organischen Mitteln eine weitere Reinigung nicht erfuhr, so wurde sie nach dem Trocknen im Vakuumexsiccator direkt analysiert.

0.1620 g Sbst.: 0.4559 g CO₂, 0.1020 g H₂O — 0.1829 g Sbst : 14.8 ccm N (22°, 741 mm).

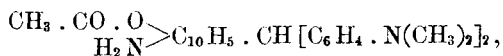
C₂₉H₃₁O₂N₃. Ber. C 76.82, H 6.84, N 9.26.

Gef. » 76.75, » 6.99, » 8.93.

Die Verbindung färbt sich beim Erhitzen im Schmelzröhrchen von 115° ab dunkler, frittet bei 131—132° zusammen und zersetzt sich bei höherem Erhitzen.

Zum Nachweis der in ihrem Molekül enthaltenen Acetylgruppe wurden 2 g in der Lösung von 120 ccm 50-prozentiger Schwefelsäure 2 Stunden hindurch gekocht, der Kolbeninhalt mit 150 ccm Wasser verdünnt und 100 ccm der Flüssigkeit abdestilliert. Das mit Soda neutralisierte saure Destillat wurde zur Trockne verdampft und der Rückstand, mit Arsensäureanhydrid gemengt, erhitzt. Dabei trat der Geruch nach Kakodyl auf.

Hierdurch ist erwiesen, daß bei der reduzierenden Spaltung des acetylierten Kondensationsproduktes aus Benzol-azo- α -naphthol und Michlerschem Hydrol lediglich Anilin und das in der Hydroxylgruppe acetylierte *p*-Amidonaphthol-tetramethyldiamido-diphenylmethan,



entsteht.

Unser früheres Resultat kann ich mir nur so erklären, daß unter den damals eingehaltenen, mit den beschriebenen nicht übereinstimmenden Versuchsbedingungen gebildetes Anilin teilweise acetyliert, teilweise aber durch Erhitzen mit dem Eisessig verflüchtigt worden ist. Jedenfalls ist nunmehr der letzte stichhaltige Grund beseitigt, welcher der Auffassung der Paraoxyazokörper als Phenolderivate entgegen war.

Dresden, im März 1908.