

122. A. Korolew und E. Rostowzewa: Über Diacetyl-toluylendiamin-(2.6). (Bemerkung zur Abhandlung von Green und Lawson, The Ortho- and Para-nitro-derivatives of Ortho-toluidine¹⁾).

[Aus d. Laborat. des Woroschilow-Instituts für Halbfabrikate u. Farbstoffe, Moskau.]
(Eingegangen am 25. Januar 1936.)

In der Absicht, das nicht krystallisierte Produkt, das man bei der fabrikmäßigen Darstellung des 2.4-Dinitro-toluols aus einem technischen Gemisch von *o*- und *p*-Nitro-toluol erhält, analytisch zu untersuchen, reduzierten wir es mit Zink und Salzsäure, extrahierten die Amine aus der alkalisch gemachten Lösung mit Benzol und acetylierten sie nach Abdestillieren des Lösungsmittels mit Essigsäure-anhydrid. Das Gemisch von Produkten konnte, wie unser Versuch zeigte, leicht bei gewöhnlicher Temperatur mit Hilfe von Alkohol getrennt werden. Das Diacetyl-toluylendiamin-(2.4) ging vollständig in Lösung, auf dem Filter verblieb eine unbekannt Substanz, die bei 309—311° schmolz.

0.0940 g Sbst.: 0.2192 g CO₂, 0.0594 g H₂O.
C₁₁H₁₄O₂N₂. Ber. C 64.04, H 6.84.
Gef. „ 63.60, „ 7.07.

Beim Erhitzen der Substanz mit 10-proz. Salzsäure war sie nach 20 Min. verseift. Aus der alkalisch gemachten Lösung wurde eine bei 103—104° schmelzende Base isoliert; dieser Schmp. entspricht dem des Toluylendiamins-(2.6).

Da Green und Lawson in ihrer Abhandlung¹⁾ für das Diacetyl-toluylendiamin-(2.6) den Schmp. 202° angeben, stellten wir das 2.6-Dinitro-toluol nach Holleman und Boeseken²⁾ dar, reduzierten es zu Toluylendiamin-(2.6) und acetylierten letzteres. Das aus Alkohol umgelöste Produkt schmolz bei 311° und zeigte keine Depression mit unserem früher analysierten Produkt.

Unser Diacetyl-toluylendiamin-(2.6) sublimiert leicht in gut ausgebildeten Krystallen; die gleiche Eigenschaft besaß das von Green und Lawson beschriebene, jedoch nicht analysierte Produkt.

Der auf Grund der Abhandlung von Green und Lawson im Beilstein-³⁾ und in anderen Handbüchern gebrachte Schmelzpunkt des Diacetyl-toluylendiamins-(2.6) ist in 310—311° (korr.) zu berichtigen.

Die Löslichkeit in 100 ccm 95-proz. Alkohol beträgt für das Diacetyl-toluylendiamin-(2.6) ungefähr 0.1 g, für das Diacetyl-toluylendiamin-(2.4) ungefähr 1.0 g.
Moskau, 18. Januar 1936.

¹⁾ Journ. chem. Soc. London **59**, 1017 [1891].

²⁾ Rec. Trav. chim. Pays-Bas **16**, 427 [1897].

³⁾ Handb. d. organ. Chemie, 4. Aufl., Bd. XII, S. 148.