

in gelblichen Nadeln vom Schmp. 95°. Ausb. 29 g aus 60 g Kaliumsalz (58% d. Th.).

Semicarbazon: 1 g Oxalo-tiglynaldehyd in 2 ccm Alkohol wird mit 1 g Semicarbazid-chlorhydrat und 1 g Kaliumacetat in 4 ccm Wasser versetzt. Das in sehr guter Ausbeute rasch ausfallende Semicarbazon schmilzt nach dem Umkrystallisieren aus Alkohol bei 203°. Es stellt farblose Nadeln dar.

4.043 mg Sbst.: 7.41 mg CO₂, 2.24 mg H₂O. — 2.473 mg Sbst.: 0.384 ccm N₂ (21°, 750 mm).

C₁₀H₁₅O₄N₃ (241.1). Ber. C 49.8, H 6.23, N 17.43. Gef. C 49.90, H 6.20, N 17.79.

Semicarbazon des Acetyl-oxalo-tiglynaldehyds (XVII): 3 g Kaliumsalz des Oxalo-tiglynaldehyds werden mit 5 ccm Essigsäure-anhydrid in 30 ccm Äther 30 Min. auf dem Dampfbad erhitzt. Nach dem Waschen mit Wasser und Trocknen hinterläßt der Äther 2.3 g (66% d. Th.) Acetyl-oxalotiglynaldehyd als gelbliches Öl. Von diesem wird 1 g in 2 ccm Alkohol mit einer konz. wäßrigen Lösung von 1 g Semicarbazid-chlorhydrat und 1 g Kaliumacetat versetzt. Das Semicarbazon wird aus Alkohol umkrystallisiert. Gelbstichige Nadeln vom Schmp. 217°.

2.955 mg Sbst.: 0.590 ccm N₂ (21°, 751 mm). — 4.254 mg Sbst.: 7.90 mg CO₂, 2.31 mg H₂O.

C₁₂H₁₇O₅N₃ (283.1). Ber. C 50.86, H 6.05, N 14.84. Gef. C 50.80, H 6.09, N 14.48.

14) α -Phenyl-crotonaldehyd¹¹⁾, H₃C.CH:C(C₆H₅).CHO: 60 g frischer Phenylacetaldehyd und 25 g Acetaldehyd werden mit einer Lösung von 25 g Natriumacetat in 50 ccm Wasser und 50 ccm Alkohol 24 Stdn. auf 110° erhitzt. Man trennt die obere der beiden Schichten ab, trocknet über Calciumchlorid und destilliert. Bei 233—235° (750 mm) gehen 40 g α -Phenyl-crotonaldehyd (50% d. Th.) über.

Das Semicarbazon (Schmp. 201°) gab bei der Analyse:

3.867 mg Sbst.: 9.195 mg CO₂, 2.28 mg H₂O. — 1.969 mg Sbst.: 0.348 ccm N₂ (22°, 758 mm).

C₁₁H₁₃ON₃ (203.1). Ber. C 64.99, H 6.45, N 20.68. Gef. C 64.85, H 6.60, N 20.40.

15) „Oxalo- α -phenyl-crotonaldehyd“: Das aus 16.3 g Kalium bereitete Äthylat wird in 200 ccm trockenem Äther aufgenommen und unter Kühlung mit 61 g Oxalsäure-diäthylester und 61 g α -Phenyl-crotonaldehyd versetzt. Das gelbrote Kaliumsalz des „Oxalo-aldehyds“ fällt bald aus, es wird nach 2 Stdn. abgesaugt und gut mit Äther gewaschen. Ausb. 47 g (40% d. Th.).

Man zerlegt das Kaliumsalz unter Benzol vorsichtig mit *n*-Salzsäure und wäscht die Benzolschicht mit Wasser. Beim Einengen krystallisiert der „Oxalo- α -phenyl-crotonaldehyd“ in weißen rhombischen Blättchen aus. Aus Benzol umkrystallisiert, schmilzt er bei 164°. Ausb. 65—70% d. Th.

3.943 mg Sbst.: 3.69 mg AgJ. — Rast.

C₁₄H₁₄O₄. Ber. OC₂H₅ 18.29, Mol.-Gew. 246.1. Gef. OC₂H₅ 17.95, Mol.-Gew. 246.

¹¹⁾ M. Tiffeneau u. P. Weill, *Compt. rend. Acad. Sciences* **200**, 1217 [1935], haben diesen Aldehyd aus Phenyl-äthenyl-glykol durch Wasserabspaltung unter molekularer Umlagerung erhalten. Sdp.₁₅ 117°. Schmp. des Semicarbazons 201°.

Berichtigung.

Jahrg. 71 [1938], Heft 3, S. 579, 12. Zeile von oben lies „kaum“ statt „klar“.