

a) 2,4-Dinitro-phenylhydrazone: Die Substanzen wurden zusammengesmolzen und dann erst der Schmelzpunkt bestimmt.

I	: 67°	41 I + 59 II: 67°
80 I + 20 II:	57°	19 I + 81 II: 73°
59 I + 41 II:	61°	II: 78°

b) Semicarbazone.

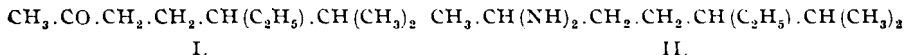
I	: 132°	42 I + 58 II: 126°
79 I + 21 II:	126.5°	23 I + 77 II: 134.5°
61 I + 39 II:	121.5°	II: 142°

108. Wilhelm Dirscherl und Helmut Nahm: Notiz über die Synthese des 2-Amino-6-methyl-5-äthyl-heptans.

[Aus d. Physiolog.-chem. Institut d. Universität Bonn a. Rh.]

(Eingegangen am 2. Juni 1943.)

Wir teilen im folgenden kurz die Synthese des 2-Amino-6-methyl-5-äthyl-heptans (II) mit. Als Ausgangsmaterial diente das von uns¹⁾ synthetisierte 6-Methyl-5-äthyl-heptanon-(2) (I). Es wurde in das Oxim übergeführt und dieses durch Erhitzen mit Natrium und Alkohol zum Amin reduziert, das als farblose Flüssigkeit bei 86—88°/20 mm siedet. d_{20} 0.7936.



Beschreibung der Versuche.

10 g 6-Methyl-5-äthyl-heptanon-(2) werden in 150 ccm Alkohol gelöst und mit 8.85 g $\text{NH}_2 \cdot \text{OH}$, HCl in konz. wäbr. Lösung und 37 g 33-proz. Natronlauge längere Zeit auf dem Wasserbad erhitzt. Das nach Zusatz von Wasser ölig abgeschiedene Oxim wird nach Neutralisation der Lösung mit Salzsäure ausgeäthert, mit Na_2SO_4 getrocknet und der Äther verdampft. Das Oxim wird ohne weitere Reinigung in 150 ccm absol. Äthylalkohol zum Sieden erhitzt und im Verlauf mehrerer Stdn. mit 15.1 g Natrium versetzt. Schließlich werden noch 50 ccm absol. Alkohol zugegeben und einige Zeit weiter erhitzt. Nach dem Erkalten wird mit konz. Salzsäure kongosauer gemacht, im Vak. eingedampft, mit 750 ccm Wasser versetzt und unverändertes Oxim ausgeäthert. Dann wird die wäbr. Lösung mit NaOH alkalisch gemacht und das Amin mehrmals ausgeäthert, mit KOH getrocknet, der Äther verdampft, und der Äther-Rückstand fraktioniert. Sdp._{20} des 2-Amino-6-methyl-5-äthyl-heptans 86—88°. Ausb. 6.4 g (64% d. Th., ber. auf das Ausgangsketon).

$\text{C}_{10}\text{H}_{23}\text{N}$ (157). Ber. N 8.91. Gef. N 9.01.

Mandelsaures Salz: 6 g Amin werden mit optisch nicht reiner l(+)-Mandelsäure neutralisiert und das Salz aus wenig absol. Äthylalkohol mehrfach umkrystallisiert. Schmp. 124—126°. $[\alpha]_D^{25}$: +29.0° (3-proz. Lösung in absol. Alkohol).

$\text{C}_{18}\text{H}_{31}\text{O}_3\text{N}$ (309.25). Ber. N 4.52. Gef. N 4.62.

¹⁾ W. Dirscherl u. H. Nahm, B. **76**, 635 [1943].