

2-Phenyl-4-[2-nitro-3-methoxy-4-acetoxy-benzal]-oxazolone (5): Aus 4 g 2-Nitro-acetyl-vanillin, 3.5 g Hippursäure und 4 g Natriumacetat in 20 ccm Acetanhydrid in üblicher Weise durch 30 Min. langes Erhitzen. Das getrocknete Reaktionsprodukt wird mit Benzol ausgekocht, die Lösung von ungelöstem Natriumacetat abfiltriert und eingengt. Beim Erkalten scheidet sich das Azlacton in orangegelben Blättchen vom Schmp. 169.5° ab. Ausb. 4.8 g (65% d.Th.).

$C_{19}H_{14}O_7N_2$ (382.3) Ber. C 59.69 H 3.69 N 7.33 Gef. C 59.79 H 3.82 N 7.41

3-Methoxy-4-hydroxy-5-benzolazo-benzaldehyd: 15.2 g Vanillin werden in einer Lösung von 12 g NaOH in 250 ccm Wasser aufgelöst. In diese Lösung wird unter gutem Rühren unterhalb von 10° eine Diazoniumsalzlösung – hergestellt aus 9.3 g Anilin, 10 ccm konz. Schwefelsäure und 50 ccm Wasser, sowie 6.9 g Natriumnitrit in 30 ccm Wasser – unter gutem Rühren eingetropf. Gegen Ende des Eintropfens färbt sich die Lösung rot, und nach mehreren Stunden scheidet sich die braune Natriumverbindung des Benzolazo-vanillins ab, die abgesaugt, mit Wasser gewaschen und getrocknet wird. Das mit verdünnter Mineralsäure entstandene Harz wird in Äthanol gelöst, mit Aktivkohle mehrere Stunden gekocht, die Lösung filtriert und mit Wasser versetzt. Dabei scheidet sich eine rote amorphe Substanz ab, die mehrmals aus verd. Methanol umkristallisiert wird. Die Ausbeute an analysenreinem 3-Methoxy-4-hydroxy-5-benzolazo-benzaldehyd ist sehr gering. Violettröte Nadeln vom Schmp. 139°.

$C_{14}H_{12}O_3N_2$ (256.3) Ber. C 65.60 H 4.72 N 10.93 Gef. C 65.93 H 4.88 N 10.72

2,4-Dinitro-phenylhydrazon: Es bildet sich beim Versetzen einer alkoholischen Lösung von Benzolazo-vanillin mit 2-proz. methanol. 2,4-Dinitro-phenylhydrazin-Lösung. Grünbraunes Kristallpulver (aus Pyridin/Wasser), Schmp. 274° (Zers.).

$C_{20}H_{16}O_6N_6$ (436.5) Ber. N 19.25 Gef. N 19.38

Berichtigungen

Jahrg. 89 [1956], Heft 11, S. 2521, 15. Zeile von oben lies:

„*n*-Butanol-Wasser-Benzin (Sdp. 110–120°) = 38:2:60“, statt:

„*n*-Butanol-Wasser-Benzin (Sdp. 110–120°) = 60:2:38“.

R. Kuhn, H. H. Baer, A. Gauhe

Jahrg. 89 [1956], Heft 10, S. 2417, Abbild. 1: Das Maximum der mit b) bezeichneten Kurve liegt bei 277 μ , nicht, wie irrtümlich eingezeichnet, bei 286 μ . Es ist um 10 μ kurzwelliger als das Maximum in Äthanol, wie auch im Text auf Seite 2416 angegeben ist.

G. Hesse, H. Stahl