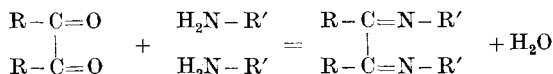


119. Über Kondensationsprodukte aus höheren aliphatischen 1,2-Diketonen und aromatischen Aminen

von H. Erlenmeyer und K. Vogler.

(28. V. 46.)

In einer vorangegangenen Mitteilung¹⁾ berichteten wir über eine gemeinsam mit *H. Bloch* und *H. Lehr* durchgeführte Untersuchung, in der von einer Reihe von Kondensationsprodukten aus primären aromatischen Aminen und höheren 1,2-Diketonen²⁾ die Wirkung auf das Wachstum von Tuberkelbazillen ermittelt wurde. Im folgenden beschreiben wir die untersuchten Kondensationsprodukte, deren Struktur nach der folgenden Gleichung abzuleiten ist:



Experimenteller Teil.

Dipropionyl-di- β -naphthyl.

3 g Dipropionyl und 7 g β -Naphthylamin wurden in 20 cm³ Äthylalkohol auf dem Wasserbad erhitzt, wobei sich das Fortschreiten der Kondensation beim Abkühlen einer Probe durch die verminderte Abscheidung von β -Naphthylamin erkennen lässt. Nach zirka drei Tagen scheidet sich bei dieser Kontrolle keine freie Base mehr aus. Nach etwa einer Woche erfolgt dann bei Zimmertemperatur die Ausscheidung eines festen Kondensationsproduktes. Aus Benzol umkrystallisiert, erhält man farblose, schuppige Krystalle vom Smp. 237—238°.

3,824 mg Subst. gaben 12,05 mg CO₂ und 2,34 mg H₂O

4,919 mg Subst. gaben 0,318 cm³ N₂ (17°, 742 mm)

C₂₆H₂₄N₂ Ber. C 85,67 H 6,64 N 7,69%

Gef. „ 85,96 „ 6,86 „ 7,37%

Dipropionyl-di-(3,4)-dimethylanil.

Vereinigt man 1 g Dipropionyl und 2 g Xylidin-(1,3,4), so tritt eine leichte Erwärmung ein, nach einigen Minuten erfolgt eine leichte Trübung und anschliessend eine Ausscheidung von Krystallen. Das Kondensationsprodukt wurde mit wenig Äthylalkohol angerührt und durch Filtration isoliert. Beim Umkrystallisieren aus Äthylalkohol erhält man hellgelbe, schuppige Krystalle vom Smp. 132—133°. Ausbeute 1,3 g.

5,289 mg Subst. gaben 0,406 cm³ N₂ (14°, 735 mm)

C₂₂H₂₈N₂ Ber. N 8,75 Gef. N 8,81%

Dipropionyl-di-p-äthoxy-anil.

In einer Mischung von 1 g Dipropionyl und 2,5 g p-Phenetidin erfolgt nach einigen Minuten eine starke Trübung infolge Wasserabscheidung. Nach 2 Tagen lässt sich das mit

¹⁾ *H. Erlenmeyer, H. Lehr* und *H. Bloch*, *Helv.* **28**, 1413 (1945).

²⁾ Über die Darstellung der Diketone siehe: *H. Erlenmeyer, H. Bloch, H. Lehr* und *K. Vogler*, *Helv.* **28**, 1410 (1945).

kaltem Äthylalkohol angerührte Kondensationsprodukt durch Filtration isolieren. Aus Äthylalkohol umkrystallisiert bildet es gelbe Nadeln vom Smp. 144—145°. Ausbeute 1,4 g.

3,627 mg Subst. gaben 0,249 cm³ N₂ (15,5°, 740 mm)
C₂₂H₂₈O₂N₂ Ber. N 7,95 Gef. N 7,94%

Di-n-butyryl-di-p-äthoxy-anil.

In ganz entsprechender Arbeitsweise wurde ein Kondensationsprodukt aus Di-n-butyryl und p-Phenetidin erhalten in Form gelber Nadeln vom Smp. 104—105°. Aus der Mutterlauge lassen sich bei weiterem Stehenlassen bei 0° noch weitere Mengen der Verbindung isolieren. Ausbeute zirka 60% der Theorie.

3,624 mg Subst. gaben 0,244 cm³ N₂ (24,5°, 740 mm)
C₂₄H₃₂O₂N₂ Ber. N 7,37 Gef. N 7,52%

Di-n-valeryl-di-p-äthoxy-anil.

Mit Di-n-valeryl und p-Phenetidin entstanden bei gleicher Versuchsanordnung gelbe Prismen, die aus Äthylalkohol umkrystallisiert einen Smp. von 101—102° zeigten.

4,747 mg Subst. gaben 0,278 cm³ N₂ (18°, 738 mm)
C₂₆H₃₆O₂N₂ Ber. N 6,84 Gef. N 6,67%

Di-n-caproyl-di-p-äthoxy-anil.

4,5 g Di-n-caproyl wurden auf 40° erwärmt und mit 6,7 g p-Phenetidin versetzt. Die Wasserabscheidung beginnt nach einer Minute. Lässt man das Gemisch bei 0° während 4 Wochen stehen, so tritt Abscheidung von Krystallen ein. Bei wiederholten Ansätzen kann die Abscheidung durch Impfkristalle in 2 Tagen erreicht werden. Beim Umkrystallisieren aus Äthylalkohol erhält man gelbe Nadeln vom Smp. 51—52°. Ausbeute 2,8 g.

3,708 mg Subst. gaben 0,196 cm³ N₂ (14°, 744 mm)
C₂₈H₄₀O₂N₂ Ber. N 6,43 Gef. N 6,15%

Die Mikroanalysen wurden teils in unserm Institut durch Frl. E. Beck ausgeführt, teils verdanken wir sie dem Analytischen Laboratorium der Ciba Aktiengesellschaft (Dr. H. Gysel).

Universität Basel, Anstalt für Anorganische Chemie.

120. Zur Krystallstruktur einiger Diphenyl-trichlor-äthanderivate

von H. Wild und E. Brandenberger.

(29. V. 46.)

In Zusammenhang mit der Krystallstruktur des p,p'-Dichlor-diphenyl-trichlor-äthans¹⁾ wurden die Strukturen einiger hierzu isomerer oder analoger Verbindungen untersucht. Da die Untersuchung nicht fortgesetzt werden kann, mögen unsere bisherigen Ergebnisse hier zusammengefasst mitgeteilt werden.

Die Krystalle wurden zum Teil durch langsames Abkühlen einer alkoholischen Lösung oder Verdunstenlassen einer methanolischen bzw. aceton-alkoholischen Lösung gewonnen. Für die makroskopi-

¹⁾ H. Wild und E. Brandenberger, Helv. **28**, 1692 (1945).