

Notiz über eine einfache Darstellungs- und Methylierungsmethode für das Aminoacetaldehyddiäthylacetal¹⁾

Von F. FISCHER und H. RIESE

Auf Grund der Angaben von G. BARGELLINI und M. SETTIMI²⁾ nahm man bisher an, daß Halogenacetaldehyddiäthylacetal direkt mit Phthalimidkalium in der Wärme nicht zur Umsetzung gebracht werden kann. Wir möchten an dieser Stelle darauf hinweisen, daß die Komponenten in Dimethylformamid gelöst miteinander reagieren:

18 g Bromacetaldehyddiäthylacetal und 20 g Phthalimidkalium werden in 100 cm³ Dimethylformamid 50 Stunden auf 80–100 °C gehalten. Das Phthalimidoacetaldehyddiäthylacetal (I) fällt man mit Wasser aus. Schmp. 72°; Ausb. 90% d. Th.

C₁₄H₁₇O₄N (263,30). Ber.: C 63,88; H 6,46; N 5,32; gef.: C 63,63; H 6,50; N 5,42.

5 g I werden bei Zimmertemperatur mit 50 cm³ 25proz. KOH geschüttelt, bis alles in Lösung gegangen ist. Beim vorsichtigen Neutralisieren mit HCl fällt die entsprechende Phthalamidsäure C₁₄H₁₉O₅N · H₂O mit dem Schmp. 93 °C in 80proz. Ausbeute aus. Nach mehrstündigem Trocknen unter vermindertem Druck bei 40° erhält man die wasserfreie Form mit dem Schmp. 85 °C.

10 g I werden mit 100 cm³ 25proz. KOH 20 Stunden zum Sieden erhitzt. Das Reaktionsprodukt wird mit Äther extrahiert, nach sorgfältigem Trocknen der Äther entfernt und das Aminoacetaldehyddiäthylacetal (II) unter vermindertem Druck destilliert. Sdp₇₆₀ 163 °C³⁾, Sdp₂₀ 60 °C, n_D²⁰ 1,416, Ausbeute 85% d. Th.

13,3 g II und 3 g Paraformaldehyd in 100 cm³ absol. Alkohol werden in Gegenwart von 2 g geglühtem Na₂SO₄ und 0,5 g Platinoxid bei Normaldruck und 40 °C mit H₂ geschüttelt, bis die berechnete Menge H₂ aufgenommen worden ist. Nach Entfernen von Katalysator und Na₂SO₄ trennt man den Alkohol über eine WIDMER-Spirale ab und destilliert Methylaminoacetaldehyddiäthylacetal unter vermindertem Druck. Sdp₇₆₀ 167 °C⁴⁾; Ausbeute 75% d. Th.

¹⁾ DDR-Wirtschaftspatent angemeldet.

²⁾ G. BARGELLINI u. M. SETTIMI, *Gaz. chim. ital.* **53**, 601 (1923).

³⁾ L. WOLFF, *Ber. dtsch. chem. Ges.* **41**, 1021 (1908).

⁴⁾ L. KNORR, *Ber. dtsch. chem. Ges.* **32**, 729 (1899).

Jena, Institut für Organische Chemie und Biochemie der Friedrich-Schiller-Universität.

Bei der Redaktion eingegangen am 21. März 1960.