

Neue Nitro-Chalkone. VI¹⁾

VON TAMÁS SZÉLL

Inhaltsübersicht

Nitro-hydroxy-propiofenone wurden mit verschiedenen aromatischen Aldehyden in Gegenwart von wässrigem Alkali zu unbekanntem Nitro-hydroxy- α -methylchalkonen und Chalkon-Analoga kondensiert. Die Eigenschaften der Produkte werden besprochen.

In unseren Mitteilungen V und I¹⁾²⁾ wiesen wir darauf hin, daß Nitro-hydroxyacetophenone – basisch katalysiert – leicht Chalkone bilden. In der vorliegenden Arbeit wurde die Kondensationsbereitschaft der entsprechenden Propiofenone untersucht und dabei festgestellt, daß das Reaktionsvermögen der Propiofenone – infolge der elektronensendenden Methylgruppe – erwartungsgemäß geringer ist, als das der entsprechenden Acetophenone. Die Schmelzpunkte der gewonnenen Kondensate und ihrer Natriumsalze sind niedriger und ihre Äthanollöslichkeit größer als die der entsprechenden Chalkone. Anstatt der charakteristischen gelben Farbe weisen die Verbindungen eher Fleischfarbe oder einen bräunlichen Farbton auf.

Unter den im folgenden geschilderten Reaktionsbedingungen konnte das 4-Nitro-2-hydroxy-butirophenon³⁾ mit Aldehyden nicht kondensiert werden.

Beschreibung der Versuche

Die zu den Kondensationen verwendeten Nitro-hydroxy-propiofenone wurden mittels der FRIESSchen Reaktion dargestellt⁴⁾.

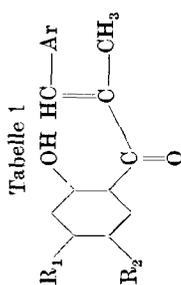
0,5 mMol Nitro-hydroxy-propiofenon (0,1 g) wurde mit 1 Tropfen Äthanol befeuchtet, in 1 ml 1 n NaOH gelöst und dann mit 1 mMol Aldehyd versetzt. In den Reaktionen I, III, IV und VI ließen wir die Lösung bei Raumtemperatur stehen, während sie in den Reaktionen II und V zwei Stunden am Wasserbade bei 60–70°C gehalten wurde. Im ersteren Falle wurden die ausscheidenden Natriumverbindungen nach 2–6 Tagen und im letzteren 5–6 Stunden nach dem Erkalten filtriert. Die Natriumsalze waren von gelber (I, II), grünlich- bzw. schwärzlichbrauner (III, V) sowie orangegelber Farbe (IV, VI).

¹⁾ V. Mitteilung: Liebigs Ann. Chem. **641**, 113 (1961); Berichtigung: **645**, 215 (1961).

²⁾ T. SZÉLL, Chem. Ber. **91**, 2609 (1958).

³⁾ T. SZÉLL u. J. EGYED J. org. Chem. (im Druck, 1962).

⁴⁾ T. SZÉLL, A. FURKA u. I. SZILÁGYI, J. Sci. and Ind Res. (India) **18 B**, 325 (1959).



Übersicht über die dargestellte Chalkone

Nr.	R ₁	R ₂	Ar	Umkristallisiert aus	Farbe	Schmp. °C (unkorr.)	Summenformel	Mol-Gew.	N-Gehalt in % ber.	N-Gehalt in % gef.
I.	-H	-NO ₂		Äthanol (96%)	Körperfarbe	105	C ₁₆ H ₁₃ NO ₄	283,3	4,9	5,10
II.	-H	-NO ₂		Äthanol (96%)	Körperfarbe	128—129	C ₁₆ H ₁₂ NO ₄ Cl	317,7	4,4	4,60
III.	-H	-NO ₂		Äthanol (96%)	grünlich ocker-braun	160—161	C ₁₄ H ₁₁ NO ₄	273,25	5,1	5,10
IV.	-NO ₂	-H		Äthanol (80%)	butterweiß	111—112	C ₁₆ H ₁₃ NO ₄	283,3	4,9	5,00
V.	-NO ₂	-H		Äthanol (96%)	hellbraun	127—128	C ₁₆ H ₁₂ NO ₄ Cl	317,7	4,4	4,50
VI.	-NO ₂	-H		Äthanol (99,9%)	hellocker braun	145—146	C ₁₄ H ₁₁ NO ₄	273,25	5,1	5,2

Sie wurden filtriert, mit 1 n H_2SO_4 am Wasserbade digeriert und so in das freie Methyl-Chalkon übergeführt. Ausbeute bezüglich der Natriumsalze: 80–96%. Die übrigen Daten veranschaulicht Tab. 1.

Die Mikroanalysen wurden dankenswerterweise im Institut für Organische Chemie der Universität Szeged von Frau Dr. LAKOS K. LÁNG und Frau BARTÓK G. BOZÓKI ausgeführt. Der Verfasser dankt an dieser Stelle der Ungarischen Akademie der Wissenschaften für die finanzielle Unterstützung dieser Arbeit und Fräulein EVA UNYI für ihre wertvolle technische Hilfe.

Szeged (Ungarn), Institut für Angewandte Chemie der Universität Szeged.

Bei der Redaktion eingegangen am 31. Januar 1962.

Verantwortlich

für die Schriftleitung: Prof. Dr.-Ing. Dr. h. c. E. Leibnitz, Leipzig O 5, Permoserstraße 15;
für den Anzeigenteil: DEWAG-Werbung Leipzig, Leipzig C 1, Friedrich-Ebert-Str. 110, Ruf 7851.
Z. Z. gilt Anzeigenpreisliste 4; Verlag: Johann Ambrosius Barth, Leipzig C 1, Salomonstraße 18 B;
Fernruf 27 681 und 27 682. ZLN 5056

Printed in Germany

△ Druck: Paul Dünnhaupt, Köthen (IV/5/1) L 145/62