

Leichte Darstellung der Leukobase des Malachitgrüns

von

M. Nencki.

(Vorgelegt in der Sitzung am 6. December 1888.)

Das Tetramethyldiamidotriphenylmethan ist bekanntlich zuerst von O. Fischer¹⁾ aus Bittermandelöl und Dimethylanilin durch Condensation mittelst Chlorzink erhalten worden. Obgleich die Ausbeute an Leukobase bei Anwendung von Chlorzink etwa 90% beträgt, so hat die Operation einige Übelstände, indem häufig die Schmelze zu einer zu zähen Masse wird und es nöthig ist Wasser zuzugeben, bis wieder ein homogener, nicht zu dicker Brei entsteht. Sodann ist es nöthig, aus dem Reactionsproduct das unzersetzte Bittermandelöl und Dimethylanilin mit Wasserdampf abzutreiben. Die fabrikmässige Darstellung der Leukobase geschieht gegenwärtig nicht durch Chlorzink, sondern durch die viel billigere Salzsäure. In Folgendem will ich ein Darstellungsverfahren dieser Base beschreiben, das zwar, was den Kostenpunkt betrifft, nicht mit dem Salzsäureverfahren concurriren kann, das aber wegen der Einfachheit der Operation zur Bereitung dieses wichtigen Körpers in Laboratorien besonders geeignet sein dürfte.

40 gr. Benzaldehyd, 100 gr. Dimethylanilin und 40 gr. 93% Alkohol werden in einem geräumigen Kolben von circa 2 Liter Inhalt auf dem Wasserbade erwärmt. Der Kolben ist durch einen doppelt durchbohrten Kork verschlossen, in dessen einer Bohrung sich ein aufrecht stehender Liebig'scher Kühler befindet, in der anderen ein kleiner Scheidetrichter, aus welchem man

¹ Ann. Chem. Pharm. Bd. 206, S. 122, 1880.

vorher abgewogene 65 gr. Phosphoroxychlorid in kleinen Portionen zu der erwärmten Flüssigkeit zufließen lässt. Die ziemlich stürmische Einwirkung wird durch Schütteln des Kolbens gemässigt. Ist alles POCl_3 zugesetzt, so erwärmt man zur Vollendung der Reaction die Schmelze etwa eine halbe Stunde auf dem Wasserbade, bis sie keine Blasen mehr wirft. Hierauf wird die Masse auf dem Wasserbade im warmen Wasser gelöst, filtrirt und das Filtrat nach dem Erkalten mit Natronlauge im Überschusse versetzt. Nach einigen Stunden erstarrt das abgeschiedene Öl krystallinisch. Der Krystallkuchen wird zerkleinert, mit kaltem Wasser ausgewaschen und aus Alkohol umkrystallisirt. Die Ausbeute ist fast theoretisch. Das so erhaltene Präparat war schneeweiss und ergab bei der Elementaranalyse folgende Zahlen: 0,3169 gr. Subst. gaben 0,9716 gr. CO_2 und 0,2279 gr. H_2O oder 83,62% C und 7,98% H.

0,2783 gr. Subst. gaben 21,5 cm^3 Ngas bei 18°/T und 708 Bst. entsprechend 8,32% N.

Die Formel des Tetramethyldiamidotriphenylmethans- $\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{N}_2$ verlangt: 83,64% C 7,88% H und 8,48% N.
