

**217. E. Knövenagel †: Zur Kenntnis der Keton-anile,
III. Mitteilung: Oskar Goos: Über fett-aromatische
Keton-anile.**

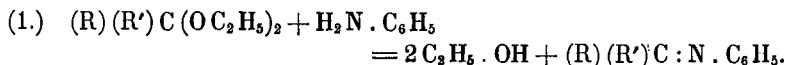
[Veröffentlicht von H. Bähr.]

(Eingegangen am 8. April 1922.)

Aus rein aliphatischen Keton-anilen konnten E. Knoève-nagel und H. Bähr¹⁾ Chinolin-Derivate erhalten. Anschließend daran ist hier geprüft worden, wie sich gemischte, aliphatisch-aromatische Keton-anile bei der gleichen Reaktion verhalten. Zum Ausgange wurden Acetophenon-anil und Desoxybenzoin-anil gewählt, die nicht durch direkte Kondensation von Keton und Anilin²⁾ erhalten werden konnten, sondern auf Umwegen dargestellt werden mußten.

Wird ein Gemenge von Acetophenon und Anilin mit Jod erhitzt, so bildet sich stets 1.3.5-Triphenyl-benzol; Zwischenprodukte wie Acetophenon-anil, Dypnon-anil oder das Dypnon selbst wurden nicht erhalten. Desoxybenzoin wurde bei analogen Versuchen stets unverändert zurückgewonnen. Auch Versuche, über das Acetophenonchlorid mit Anilin zum Anil zu gelangen, führten stets zu 1.3.5-Triphenyl-benzol.

Die Darstellung von Acetophenon-anil und Desoxybenzoin-anil gelang aber nach Analogie der Versuche von Claisen³⁾ über die Acetale. Die -Anil-Bildung tritt durch Erhitzen der Acetale mit Anilin bei Siedetemperatur unter Alkohol-Abspaltung ein:



Busch und Falco⁴⁾ erhielten Desoxybenzoin-anil vom Schmp. 89° aus Benzanilid-imidchlorid und Benzylmagnesiumchlorid

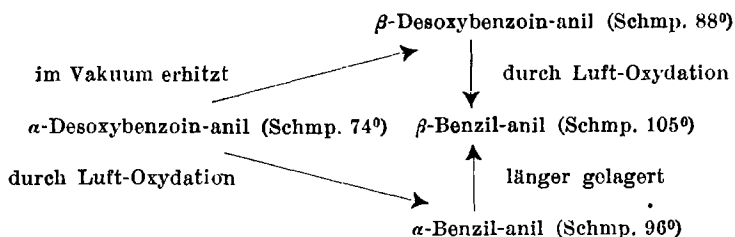
Das hier über das Desoxybenzoin-acetal dargestellte Anil zeigte einen konstanten Schmp. 74°. Es ist das von Busch und Falco zu ihrem Desoxybenzoin-anil (Schmp. 89°) vergeblich gesuchte Isomere, was zunächst durch Umlagerung bestätigt werden konnte.

Desoxybenzoin-anil vom Schmp. 74° (es sei der Kürze wegen mit α - und das von Busch und Falco erhaltene mit β - bezeichnet) wurde beim Sieden im Vakuum in die β -Form (Schmp. 89°) umgelagert. Weiter konnte die Isomerie der beiden Desoxybenzoin-anile durch den verschiedenen Schmelzpunkt ihrer Oxydationsprodukte bestätigt werden. Bei der Oxydation von α -Desoxy-

¹⁾ vergl. die voranstehende Abhandlung. ²⁾ J. pr. [2] 89, 8 [1914].

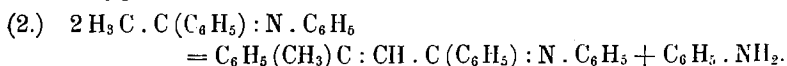
³⁾ B. 29, 2932 [1896]. ⁴⁾ B. 43, 2559 [1910].

benzoin-anil (Schmp. 74°) entsteht α -Benzil-anil (Schmp. 96°), während Busch und Falco aus β -Desoxybenzoin-anil (Schmp. 89°) das β -Benzil-anil (Schmp. 105°) erhielten. Nach Knoevenagel und Moses¹⁾ lagert sich das direkt durch Kondensation von Benzil und Anilin mittels Jods erhaltene α -Benzil-anil (Schmp. 96°) nach längerem Aufbewahren von selbst in das β -Benzil-anil (Schmp. 105°) um, was hier bestätigt werden konnte. Die Beziehungen sind im Schema veranschaulicht:



Die Anile der aromatisch-aliphatischen Ketone zeigen im Gegensatz zu den rein aliphatischen Keton-anilen sehr geringe Beständigkeit gegen Alkalien und Säuren. Schon durch Wasser tritt bei gelindem Erwärmen Zersetzung ein, während die aliphatischen Keton-anile, wie Jäger²⁾ nachwies, selbst mit Säuren erst nach längerem Kochen, und manche auch dadurch nur teilweise, gespalten wurden.

Acetophenon-anil spaltet beim $\frac{1}{2}$ -stündigen Erhitzen bis nahe zur Siedetemperatur aus 2 Mol. Anil 1 Mol. Anilin ab und bildet Dypnon-anil:



Bei weiterem Erhitzen bis zur Dauer einer Stunde lagern sich 3 Mol. Anil unter Freiwerden von 3 Mol. Anilin zu 1.3.5-Triphenyl-benzol zusammen. Gibt man 1% Jod als Katalysator hinzu, so werden die Kondensationszeiten auf die Hälfte verkürzt³⁾.

Die Spaltung von Aceton-anil-Jodmethylat mit Alkali führt nach Jäger und Bähr⁴⁾ zu Isopropenyl-methyl-anilin, $\text{CH}_2 : (\text{CH}_3)\text{C} \cdot \text{N}(\text{CH}_3) \cdot \text{C}_6\text{H}_5$; der Versuch durch analoge Spaltung des Acetophenon-anil-Jodmethylats den Körper $\text{CH}_2 : (\text{C}_6\text{H}_5)\text{C} \cdot \text{N}(\text{CH}_3) \cdot \text{C}_6\text{H}_5$ zu erhalten, lieferte jedoch nur die Ausgangsprodukte Acetophenon und Anilin zurück.

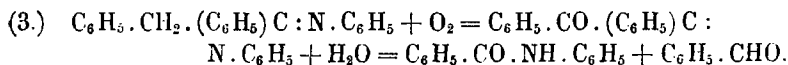
¹⁾ J. pr. [2] '89, 40 [1911].

²⁾ B. 54, 1722 [1921].

³⁾ Diese Beobachtungen lagen vor, als Reddelien seine gleichgerichteten Versuche veröffentlichte.

⁴⁾ B. 54, 1722 [1921] und Mitteilung II.

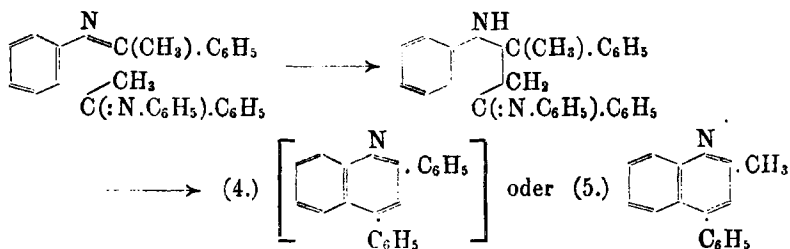
Desoxybenzoin-anil zerfällt hydrolytisch noch leichter als Acetophenon-anil in seine Komponenten. Auch oxydiert es sich nach einigen Stunden Stehens an trockner Luft zu Benzil-anil. Bei gleichzeitiger Anwesenheit von Feuchtigkeit findet neben der Oxydation teilweiser Zerfall des sich bildenden α -Benzil-anils in Benzaldehyd und Benzanilid statt:



Trocknes α -Benzil-anil (Schmp. 96°) erwies sich nach seiner Umlagerung in die isomere β -Form (Schmp. 105°) beständiger.

Anschließend wurde gezeigt, daß auch aromatisch-aliphatische Keton-anile wie die rein aliphatischen nach der Knoevenagel-Bährschen Methode¹⁾ Ringschluß zu Chinolin-Derivaten eingehen.

Nach Analogie war anzunehmen, daß 2 Mol. Acetophenon-anil entweder unter Methan- und Anilin-Abspaltung 2,4-Diphenyl-chinolin (4.), oder unter Benzol- und Anilin-Abspaltung 2-Methyl-4-phenyl-chinolin (5.) lieferten:



Tatsächlich wurde mit trockenem Salzsäuregas 2-Methyl-4-phenyl-chinolin (5.) erhalten. Die Möglichkeit, aus rein aliphatischen Keton-anilen Chinoline darzustellen, wurde dadurch auch auf die aromatisch-aliphatischen Keton-anile ausgedehnt.

Beschreibung der Versuche.

Acetophenon-anil aus Acetophenon-acetal und Anilin²⁾.

1 Mol. (36 g) nach L. Claisen³⁾ dargestelltes Acetophenon-acetal wurde mit 1 Mol. (18 g) Anilin 45 Min. unter Rückfluß zum Sieden erhitzt und dann im Vakuum (15 mm) destilliert. Zunächst geht etwas Anilin über, dann bis 170° ziemlich konstant Aceto-

¹⁾ Mitteilung II.

²⁾ B. 29, 2932 [1896].

³⁾ B. 40, 3908 [1907].

phenon-anil, das in der Vorlage krystallinisch erstarrt und bei 41° schmilzt. Von 170 — 210° destilliert als dunkelgelbes, zähflüssiges Öl Dypnon-anil, das erst nach einiger Zeit krystallisiert und bei 98° schmilzt.

Acetophenon-anil ist unlöslich in Wasser, löslich in kaltem Alkohol und Benzol, leicht löslich in heißem Alkohol, sehr leicht löslich in Äther, Aceton und Chloroform. Die Rein-Ausbeute betrug 22.6 g, entspr. 82 % der Theorie.

0.2397 g Sbst.: 0.7565 g CO_2 , 0.1474 g H_2O . — 0.2818 g Sbst.: 0.8866 g CO_2 , 0.1746 g H_2O . — 0.1066 g Sbst.: 7.0 ccm N (19° , 754 mm).

$\text{C}_{14}\text{H}_{13}\text{N}$. Ber. C 86.12, H 6.71, N 7.18.
Gef. » 86.07, 85.80, » 6.91, 6.93, » 7.61.

Bei Gegenwart von 1 % Jod verläuft die Anil-Bildung aus Acetophenon-acetal und Anilin unter Erhitzen zum Sieden schon in 15—20 Min. Kondensations-Temperatur und -Zeit dürfen jedoch nicht wesentlich überschritten werden, da sonst die Reaktion rasch weiter geht bis zu 1.3.5-Triphenylbenzol.

Das Acetophenon-anil ist, frisch destilliert, ein schön krystallisierter, hellgelber Körper. An der Luft färbt es sich rasch dunkelgelb und zerfließt allmählich, wird aber in Kältemischung vorübergehend wieder fest. Im zugeschmolzenen Glasrohr bleibt es unverändert. Wird das Anil mit der 2—3-fachen Menge verd. Salzsäure übergossen, so tritt zunächst Lösung ein. Nach wenigen Minuten scheidet sich dann ein Öl ab, das, mit Phenyl-hydrazin verrieben, Acetophenon-phenylhydrazon (Schmp. 103°) liefert. Die vom Acetophenon getrennte salzsaure Lösung gibt beim Eindampfen salzsaures Anilin (Schmp. 196°).

Salzsaures Acetophenon-anil bildet sich als weißer flockiger Niederschlag (Schmp. 190°) beim Einleiten von trockenem Chlorwasserstoff in die absolut-ätherische Lösung des Acetophenon-anils.

Dypnon-anil.

Dieser Körper wurde zunächst als Nebenprodukt bei der Destillation des Acetophenon-anils im Vakuum in 15—20-proz. Ausbeute erhalten. Erhitzt man Acetophenon-anil 20—30 Min. für sich unter Rückfluß bis nahe zum Sieden, so entsteht Dypnon-anil (Gleichung (2.)), das durch Behandeln der erkalteten Schmelze mit Alkohol ausfällt (Schmp. 98°).

0.1138 g Sbst.: 0.3690 g CO_2 , 0.0632 g H_2O . — 0.1197 g Sbst.: 0.3890 g CO_2 , 0.0682 g H_2O . — 0.1097 g Sbst.: 4.7 ccm N (17° , 753 mm). — 0.1044 g Sbst.: 4.5 ccm N (15° , 759 mm).

$\text{C}_{22}\text{H}_{19}\text{N}$. Ber. C 88.84, H 6.44, N 4.71.
Gef. » 88.43, 88.63, » 6.22, 6.37, » 4.99, 5.10.

Durch verd. Salzsäure wird Dypnon-anil beim Erwärmen in seine Komponenten gespalten. Dypnon wurde durch eine alkoholische Lösung von Hydroxylamin nach längerem Stehen (1—2 Tage) als Dypnon-Hydroxylamin¹⁾ (Schmp. 109°) abgeschieden. Die salzsaure Lösung gab beim Eindampfen salzsaures Anilin.

Dypnon-anil ist als Zwischenprodukt bei der Bildung von 1.3.5-Triphenyl-benzol aus Acetophenon-anil aufzufassen. Wird Dypnon-anil für sich weitere 30—45 Min. bis nahe zum Sieden erhitzt, so wird wiederum Anilin abgespalten und auf Zusatz von Alkohol fällt dann beim Abkühlen mit Eis und Kochsalz 1.3.5-Triphenyl-benzol (Schmp. 170°) in reichlicher Menge aus.

Acetophenon-anil-Jodmethylat.

Äquimolekulare Mengen Acetophenon-anil und Jodmethyl werden bei gewöhnlicher Temperatur zusammengegeben. Nach kurzer Zeit fällt das Jodmethylat beim Abkühlen des Gemisches, nach Zusatz von Äther nahezu quantitativ, aus. Aus Alkohol oder besser Alkohol mit etwas Ligroin läßt es sich gut umkrystallisieren.

Acetophenon-anil-Jodmethylat bildet in reinem Zustande dünne, rhombenähnliche, weiße Krystalle vom Schmp. 209°, die beim Erhitzen über den Schmp. sich unter gleichzeitiger Blaufärbung zersetzen. Es löst sich ziemlich leicht in kaltem und leicht in warmem Alkohol, ist löslich in Aceton, schwer löslich in Eisessig und sehr schwer löslich in Äther, Petroläther und Benzol.

0.1257 g Sbst.: 0.0872 g AgJ. — 0.1821 g Sbst.: 0.1272 g AgJ.

C₁₅H₁₆NJ. Ber. J 37.66. Gef. J 37.50, 37.76.

Acetophenon-anil-Dimethylsulfat.

Zu 1 Mol. Acetophenon-anil setzt man 1 Mol. Dimethylsulfat, beide mit trockenem Äther verdünnt. Das Additionsprodukt fällt alsbald in dünnen, anscheinend rhombischen Krystallen aus. Die Ausbeute kann auf 70 % gesteigert werden, wenn man zur Fällung genügend absol. Äther zusetzt. Werden die beiden Komponenten ohne Verdünnung mit Äther in Reaktion gebracht, so tritt starke Wärmeentwicklung ein, die Masse wird dunkelrot und verharzt. Das aus wenig Alkohol umkrystallisierte oder besser durch mehrmaliges Schütteln und öfteres Nachwaschen mit Äther gereinigte Acetophenon-anil-Dimethylsulfat schmilzt bei 159°. Es löst sich sehr leicht in Wasser und warmem Alkohol; in kaltem

¹⁾ C. Harries und Fr. Gollnitz, A. 330, 185.

Alkohol und Aceton ist es löslich, schwer löslich in Benzol, sehr schwer löslich in Äther und Essigester.

0.0670 g Sbst.: 0.0480 g Ba SO₄. — 0.0701 g Sbst.: 0.0512 g Ba SO₄.
C₁₆H₁₉O₄N.S. Ber. S 9.98. Gef. S 9.80, 10.03.

Behandelt man Acetophenon-anil-Dimethylsulfat oder -Jodmethylat mit verd. Natronlauge oder Sodalösung, so spalten sich beide in Acetophenon und Anilin, wobei gleichzeitig Methylalkohol und Schwefelsäure oder Jodwasserstoffsäure auftritt.

2-Methyl-4-phenyl-chinolin.

40 g salzsaures Acetophenon-anil wurden absolut trocken in den geräumigen Reaktionskolben gebracht. Durch die gesamte Apparatur wurde 20 Min. ein scharf getrockneter Luftstrom gesaugt und dann trocknes Salzsäuregas eingeleitet. Die Reaktionsmasse wurde 5 Stdn. im Luftbade auf 180—190° erhitzt. Bald nach dem Schmelzen des salzsauren Acetophenon-anils entwickeln sich aus der braunen Schmelze Benzol-Dämpfe, die in der mit Eis und Kochsalz gekühlten Vorlage verdichtet werden. Nach beendeter Reaktion wurde das Hauptprodukt mit kalter verd. Natronlauge versetzt. Das abgeschiedene, dunkelbraune Öl wurde mit Wasser gewaschen, in Äther aufgenommen und mit Glauber-Salz getrocknet. Nach Verdunsten des Äthers wurde im Vakuum (14 bis 15 mm) fraktioniert. Der Vorlauf enthielt Anilin. Von 180—210° folgten Fraktionen, die mit alkoholischer Weinsäure weinsaures 2-Methyl-4-phenyl-chinolin lieferten. Der Schmp. ist nach mehrmaligem Umkrystallisieren aus absol. Alkohol 104°¹⁾.

0.1749 g Sbst.: 0.4190 g CO₂, 0.0815 g H₂O. — 0.1971 g Sbst.: 0.4718 g CO₂, 0.0944 g H₂O. — 0.1892 g Sbst.: 6.4 ccm N (18°, 752 mm).

C₁₆H₁₃N, C₄H₆O₆. Ber. C 65.02, H 5.22, N 3.79.
Gef. » 65.34, 65.28, » 5.22, 5.36, » 3.7.

Die letzte über 210° (14 mm) siedende Fraktion der Vakuum-Destillation enthielt 1.3.5-Triphenyl-benzol, das durch Alkohol gefällt wurde. Das in der gekühlten Vorlage gesammelte Benzol wurde mit hochprozentigem Nitrierungsgemisch behandelt und als *m*-Dinitro-benzol (Schmp. 87°) identifiziert.

Aus dem weinsauren Salz des 2-Methyl-4-phenyl-chinolins wurde die Base als farbloses Öl erhalten. Es erstarrte zu weißen Krystallen, deren Schmp. bei 97° lag. Ein Misch-Schmelzpunkt mit

¹⁾ Geigy und Königs, B. 18, 2406 [1885]; Beyer, B. 20, 1771 [1887].

dem nach C. Beyer¹⁾ dargestellten 2-Methyl-4-phenyl-chinolin (Schmp. 98°) lag bei 97—98°.

Desoxybenzoin-acetal.

1 Mol. (30 g) Desoxybenzoin wurde mit 1 Mol. + 10 % Überschuß (24 g) Orthoameisensäure-äthylester²⁾ und 23 g 95-proz. Alkohol versetzt. Als Katalysator gibt man 0.1 % konz. Salzsäure hinzu. Nach 22-stünd. Einwirkung wurde das Reaktionsprodukt zur Entfernung der Spur Salzsäure mit Natriumalkoholat gerade alkalisch gemacht und dann im Vakuum fraktioniert. Bei 172° (14 mm) wurde das Acetal als farbloses, stark lichtbrechendes Öl gewonnen. Die Ausbeute betrug 40 g, entspr. 96 % der Theorie.

0.0917 g Sbst.: 0.2692 g CO₂, 0.0659 g H₂O. — 0.1019 g Sbst.: 0.2989 g CO₂, 0.0734 g H₂O.

C₁₈H₂₂O₂. Ber. C 79.95, H 8.21.
Gef. » 80.06, 80.00, » 8.04, 8.06.

Durch Salzsäure läßt sich der Körper in seine Komponenten Desoxybenzoin und Alkohol spalten.

Desoxybenzoin-anil.

1 Mol. (16 g) Desoxybenzoin-acetal wurde mit 1 Mol. (6 g) Anilin $\frac{1}{2}$ Stde. zum Sieden erhitzt. Das goldgelb gefärbte, ölige Kondensationsprodukt wurde im Vakuum (13 mm) destilliert. Bei 215° geht ein hellgelbes Öl über, das nach dem Erkalten in der Vorlage erstarrt. Der Schmp. liegt nach dem Umkrystallisieren aus Alkohol bei 74°.

Derselbe Körper läßt sich auch gewinnen, wenn man das Gemisch nach der Kondensation mit der etwa 3-fachen Menge absol. Alkohol versetzt. Durch kräftiges Umrühren fällt ein voluminöser, fein krystalliner, hellgelber Niederschlag aus. Das Rohprodukt schmilzt bei 71°. Die Ausbeute betrug 14.5 g., entspr. 91 % der Theorie.

0.1202 g Sbst.: 0.3912 g CO₂, 0.0699 g H₂O. — 0.1611 g Sbst.: 7.45 ccm N (17°, 760 mm),

C₂₀H₁₇N. Ber. C 88.52, H 6.32, N 5.16.
Gef. » 88.76, » 6.51, » 5.34.

Desoxybenzoin-anil bildet hellgelbe, fast weiße, sehr dünne Prismen. Es löst sich schwer in kaltem, leicht in heißem Alkohol, Äther, Benzol und Aceton, sehr leicht in Schwefelkohlenstoff. In konz. Schwefelsäure löst er sich tiefsmaragdgrün. Selbst im verschlossenen Gefäß zerfließt das Anil, wenn etwas Feuchtigkeit zugegen ist, sehr bald unter Zersetzung in

¹⁾ B. 20, 1771 [1887]. ²⁾ Deutsch, B. 12, 126 [1879].

Desoxybenzoin und Anilin. An der freien Luft oxydiert es sich schon nach etwa 18 Stdn. unter gleichzeitiger Braunfärbung zu Benzil-anil vom Schmp. 96° .

Das über das Desoxybenzoin-acetal gewonnene Desoxybenzoin-anil stellt eine isomere Form (α -Form) des von Busch und Falco¹⁾ aus Benzanilid-imidchlorid und Benzylmagnesiumchlorid dargestellten Anils vom Schmp. 89° (β -Form) dar.

Bei der Oxydation des β -Desoxybenzoin-anils erhielten genannte Forscher ein Benzil-anil vom Schmp. 105° (β -Form), während das über das Acetal gewonnene Benzil-anil (α -Form) nach dem Umkrystallisieren aus Alkohol zunächst bei 96° schmilzt und mit dem von Moses²⁾ durch Jod aus Benzil und Anilin gewonnenen identisch ist. Das von Moses dargestellte Benzil-anil erhöhte nach 1—2 Tagen seinen Schmp. auf 105° .

α - und β -Desoxybenzoin-anil. Nach den Angaben von Busch und Falco¹⁾ wurde β -Desoxybenzoin-anil dargestellt. Der Schmp. lag bei 88° . α -Desoxybenzoin-anil (s. o.) schmilzt bei 74° . Der Misch-Schmelzpunkt der beiden Anile war 78 — 81° . Dadurch ist die Annahme einer hier vorliegenden Isomerie berechtigt.

Zur Umlagerung der α - in die β -Form wurde α -Desoxybenzoin-anil (74°) in einem Claisen-Kolben im Vakuum (14 mm) $\frac{3}{4}$ —1 Stde. zum Sieden erhitzt. Der Sdp. war 218° . Nach dem Erkalten wurde das Anil, das sich in eine klare, hellgelbe, zähflüssige Masse verwandelt hatte, mit absol. Alkohol verrieben. Nach kurzer Zeit erstarrte die Masse hellgelb krystallin. Der Schmp. war auf 87° gestiegen. Der Misch-Schmelzpunkt mit β -Desoxybenzoin-anil von Busch und Falco lag bei 87° .

Benzil-anile: Die alkoholische Mutterlauge des α -Desoxybenzoin-anils wurde nach Abdunsten des Alkohols im Vakuum (15 mm) destilliert:

Fraktion I 82 — 85° ; Fraktion II 175 — 200° ; Fraktion III 230 — 240° .

I war Anilin, II erstarrte krystallinisch und erwies sich als Desoxybenzoin. III war α -Benzil-anil, Schmp. 96° . Nach $1\frac{1}{2}$ —2 Tagen war der Schmp. auf 105° gestiegen; es lag dann das β -Benzil-anil von Moses²⁾ vor.

Analyse des bei 96° schmelzenden Produktes:

0.1364 g Sbst.: 0.4216 g CO_2 , 0.0642 g H_2O . — 0.1054 g Sbst.: 0.3266 g CO_2 , 0.0497 g H_2O . — 0.1926 g Sbst.: 8.3 ccm N (19° , 748 mm).

$\text{C}_{20}\text{H}_{15}\text{NO}$. Ber. C 84.17, H 5.30, N 4.91.
Gef. » 84.30, 84.51, » 5.27, 5.28, » 4.96.

¹⁾ B. 43, 2559 [1910].

²⁾ J. pr. [2] 89, 40 [1914].

α -Benzil-anil ist ein hellgelber, fein krystallisierter Körper. β -Benzil-anil krystallisiert in schönen, großen, langen Säulen von etwas dunklerer Farbe. Das β -Benzil-anil entsteht auch, wenn man α -Desoxybenzoin-anil 2 Tage mit Alkohol in Lösung im offenen Gefäß stehen läßt. In konzentrierter Lösung findet hierbei noch eine Zersetzung des Benzil-anils nach Gleichung (3.) statt: Es tritt intensiver Geruch nach Benzaldehyd auf, und Benzanilid (Schmp. 158°) scheidet sich ab; auch Benzoesäure wurde beobachtet. Nach einigen Vergleichsversuchen scheint es, als ob β -Desoxybenzoin-anil noch leichter (etwa doppelt so viel) Benzanilid liefert als die α -Verbindung.

Spaltung des α -Desoxybenzoin-anils (Schmp. 74°): Gibt man zu diesem Anil verd. Salzsäure und erwärmt auf 40–50°, so scheidet sich Desoxybenzoin als gelbes Öl ab, das alsbald auskrystallisiert (Schmp. 54°) und durch sein Phenyl-hydrason (Schmp. 106°)¹⁾ gekennzeichnet wurde. Die zurückgebliebene salzsaure Lösung gibt beim Eindampfen salzsaures Anilin (Schmp. 196°).

Salzsaures α -Desoxybenzoin-anil entsteht, wenn in eine Lösung von Desoxybenzoin-anil in absol. Ather trocknes Salzsäuregas eingeleitet wurde. Es fällt als hellgelber, feinkrystalliner Niederschlag aus (Schmp. 178 bis 179°). In trockenem Zustande ist das Salz an der Luft beständig; mit Wasser spaltet es sich in Desoxybenzoin und salzsaures Anilin.

α -Desoxybenzoin-anil-Dimethylsulfat.

Äquimolekularen Mengen β -Desoxybenzoin-anil und frisch im Vakuum destilliertes Dimethylsulfat werden, beide in ätherischer Lösung, zusammengebracht. Sofort fallen weiße, glimmerartige, glänzende Krystalle des Additionsproduktes vom Schmp. 139° aus.

0.1258 g Sbst.: 0.0771 g Ba SO₄. — 0.1509 g Sbst.: 0.0913 g Ba SO₄.

C₂₂H₂₈O₄ NS. Ber. S 8.07. Gef. S 8.42; 8.31.

¹⁾ E. Ney, B. 21, 2447 [1888].