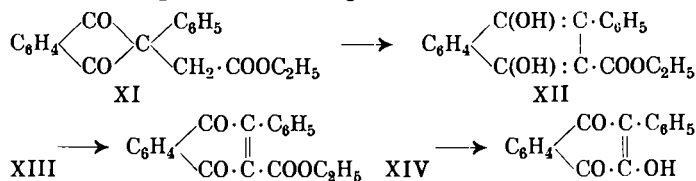
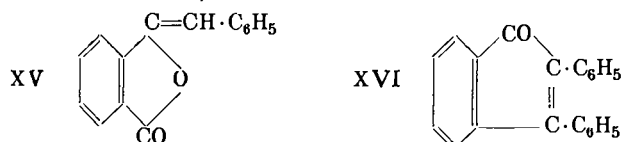


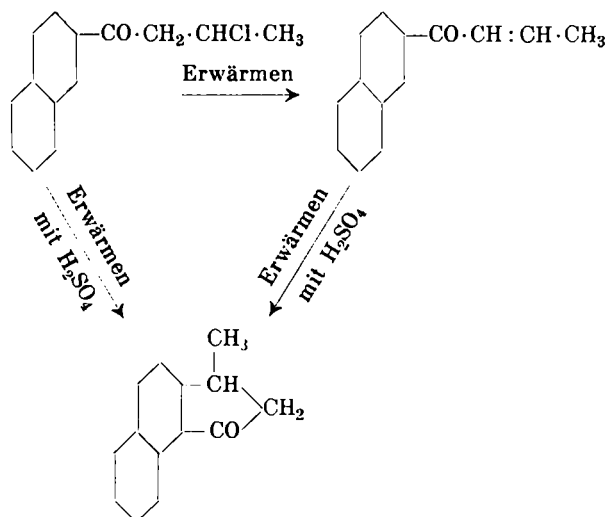
sich³²⁸⁾ leicht zu Naphthalinringen aufweiten, wie die Reaktionsfolge XI—XIV zeigt. —



Ch. Courtot und Mitarbeiter³²⁹⁾ stellen Indanylamin und Derivate dar. — Benzalphthalid XV liefert bei der Einwirkung von Phenyl-Mg-Br nach A. Löwenbein und Mitarbeiter³³⁰⁾ 2,3-Diphenylindon XVI. — Für die

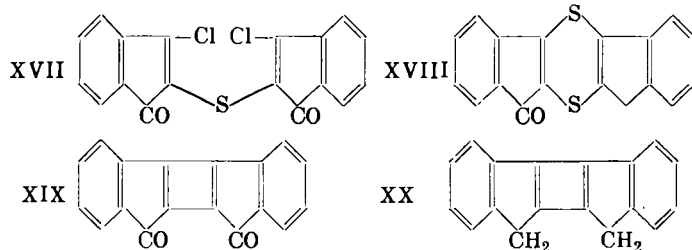


Synthese von α -Indanonen aus β -Cl-propionyl- oder β -Cl-n-butyrylnaphthalin durch Erhitzen mit H_2SO_4 geben F. Mayer und Mitarbeiter³³¹⁾ folgendes Schema:



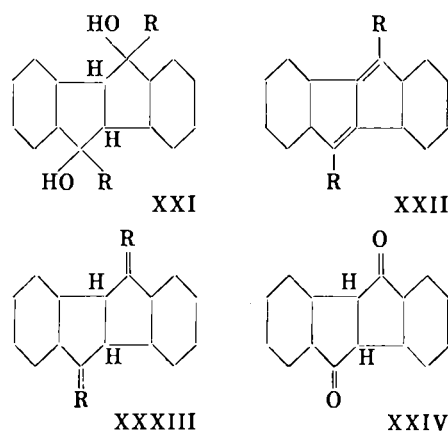
Diindene.

Dichlorindon gibt mit Na_2S je nach Umständen, wie K. Braß und G. Mosl³³²⁾ feststellen, die Verbindungen XVII oder XVIII. In XVII läßt sich der Schwefel leicht austauschen oder entfernen unter Bildung von Diindonylen XIX und Diindenylen XX.



Succindene.

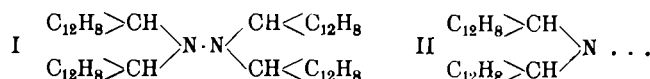
Das Diphensuccindandiol-9,12-derivat XXI gibt nach K. Brand und Mitarbeiter³³³⁾ bei der Wasserabspaltung das Diphensuccindandierivat XXII und das Diphensuccindandion XXIII, das sich zum Diphensuccindandion XXIV spalten läßt.



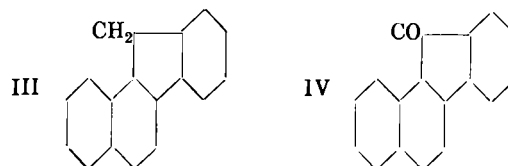
δ) Fluorengruppe.

Fluorenderivate.

G. T. Morgan und Mitarbeiter³³⁴⁾ stellen 2,5-Dinitrofluoren dar, Ch. Courtot und Mitarbeiter³³⁵⁾ 2-Bromfluoren und 2-Bromfluorenon, A. Korczynski und Mitarbeiter³³⁶⁾ 2-J-fluoren, 2-J-fluorenon, 2-Nitro-9-bromfluoren und -fluorenon. — Nach St. Goldschmidt und Mitarbeiter³³⁷⁾ bildet sich bei der Oxydation von 9-Aminofluoren unter katalytischer Wirkung des Lichtes Tetrafluorenylhydrazin I, das in Lösung in das grüne Radikal II dissoziiert. —

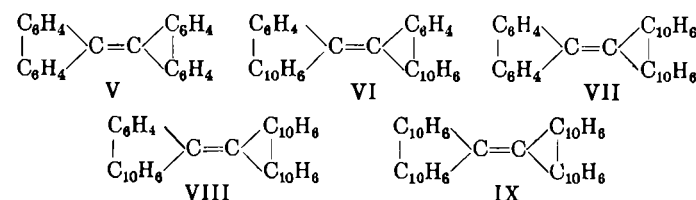


Die von Scholl und Seer³³⁸⁾ als Oxybenzanthron bezeichnete Verbindung gibt nach H. E. Fierz-David und Mitarbeiter³³⁹⁾ bei der Reduktion Chrysofluoren (III); es handelt sich demnach um ein 6-Oxy-7,8-benzfluorenon IV. —



Difluorene.

Bifluorenyle lassen sich nach A. Wanschmidt³⁴⁰⁾ aus Mesohaloidfluorenen durch Halogenabspaltung herstellen und mit Natrium und nachfolgender Oxydation in stark gefärbte Äthene überführen, von denen die Verbindungen V bis IX dargestellt werden.



Fluoranthene.

J. v. Braun und Mitarbeiter³⁴¹⁾ können Fluoranthene (XIII), ausgehend von X über die Zwischenstufen XI und XII, aufbauen und damit die Naphthalin-

³²⁸⁾ Ber. Dtsch. chem. Ges. 60, 186.

³²⁹⁾ Bull. Soc. chim. France [4] 39, 452. Ann. de Chimie [10] 4, 222. Vgl. Chem. Ztrbl. 23, III, 1410; 24, I, 1785; 25, I, 1563.

³³⁰⁾ Ber. Dtsch. chem. Ges. 58, 2662.

³³¹⁾ Ebenda 60, 2278.

³³²⁾ Ebenda 59, 1266.

³³³⁾ Ber. Dtsch. chem. Ges. 56, 2545; 58, 2546; 59, 1962. Journ. prakt. Chem. [2] 109, 353; 110, 1, 26.

³³⁴⁾ Journ. chem. Soc. London 1926, 2691.

³³⁵⁾ Compt. rend. Acad. Sciences 184, 607. Bull. Soc. chim. France [4] 41, 58.

³³⁶⁾ Bull. Soc. chim. France [4] 41, 65.

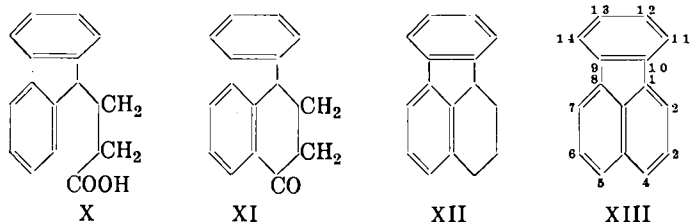
³³⁷⁾ Liebigs Ann. 456, 152. ³³⁸⁾ Ebenda 394, 154; 398, 86.

³³⁹⁾ Helv. chim. Acta 11, 1042.

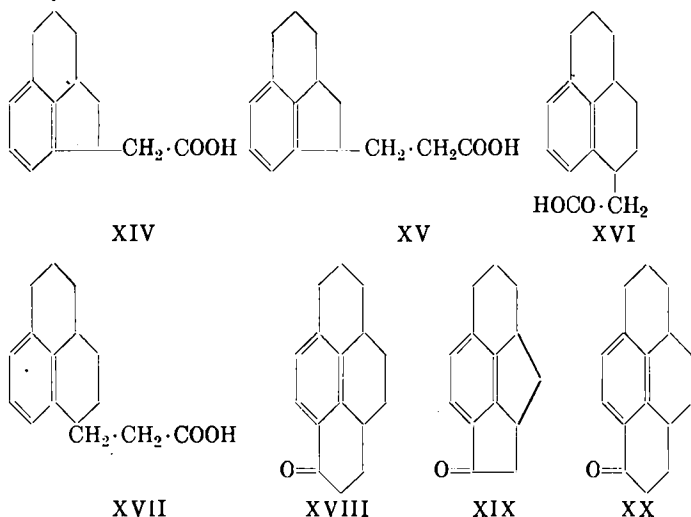
³⁴⁰⁾ Journ. Russ. phys.-chem. Ges. [russ.] 58, 249. Ber. Dtsch. chem. Ges. 58, 39.

³⁴¹⁾ Ber. Dtsch. chem. Ges. 62, 145.

struktur des Fluoranthens, dem man bisher Indolstruktur zuschrieb, beweisen.

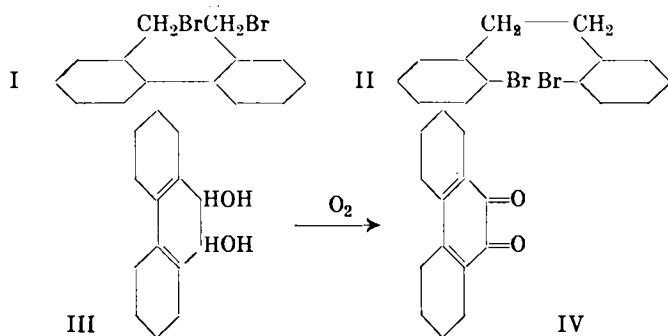


Von den auf synthetischem Wege gewonnenen Säuren XIV, XV, XVI, XVII sind XIV, XVI und XVII der intramolekularen Friedel-Crafts-Reaktion zugänglich. Es entstehen die Ketone XVIII, XIX, XX, von denen nur XX zu dem entsprechenden Kohlenwasserstoff, Pyren, dehydrierbar ist.



ε) Phenanthrengruppe.

J. Kenner und J. Wilson³⁴²⁾ fügen ihrer ersten Synthese des Phenanthrenchinons aus ω,ω' -Dibrom-2,2'-ditolyl (I) eine zweite aus 2,2'-Dibromdibenzyl (II) hinzu. — A. Skita³⁴³⁾ kann Phenanthrenchinon ohne Sauerstoffverlust zum 9,10-Dioxydecahydrophenanthren III, das sich leicht zum Octahydrophenanthrenchinon (IV) oxydieren läßt, hydrieren.

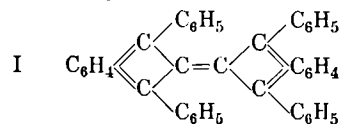


ζ) Höhere, kondensierte Systeme.

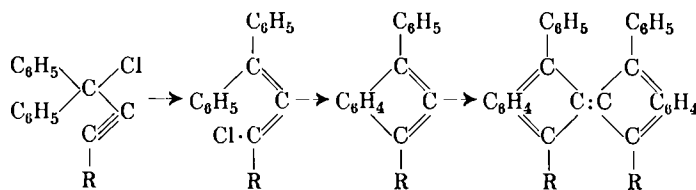
Rubren.

Ch. Moureu, Ch. Dufraisse und Mitarbeiter³⁴⁴⁾ spalten aus Phenyläthinyldiphenylmethylchlorid, $C_6H_5 \cdot C \equiv C \cdot C(C_6H_5)_2Cl$, Chlorwasserstoff ab und kommen zu einem rot gefärbten Kohlenwasserstoff, $C_{42}H_{28}$, den sie Rubren nennen. Er gibt leicht ein farbloses Peroxyd, das in der Hitze dissoziiert. Die Ver-

bindung isomerisiert sich mit HJ zu Pseudorubren. Da Rubren bei der Oxydation unter Entfernung von zwei



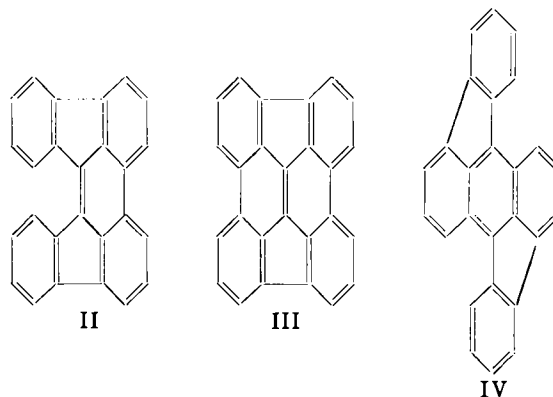
C-Atomen o-Dibenzoylbenzol liefert, erteilen ihm die Autoren³⁴⁵⁾ Formel I. Zu demselben Ergebnis kommt A. Willemart³⁴⁶⁾ auf Grund folgender Synthese:



Ferner wird das Verhalten des Rubrenperoxyds näher untersucht.

Rubicen.

Dem Rubicen geben R. Pummerer und Mitarbeiter³⁴⁷⁾ Formel II im Gegensatz zu K. Dzionowski und Mitarbeiter³⁴⁸⁾, die Formel III annehmen. — Auf Grund der Synthese aus Fluorenol mit CaH_2 , die analog der Synthese des 9,10-Diphenylantracens



aus Benzophenon verläuft, wobei sich intermediär wahrscheinlich die CaH_2 -Additionsverbindung bildet, stellen W. Schlenk und Mitarbeiterin³⁴⁹⁾ für das Rubicen Formel IV auf, nach der es als Anthracenderivat erscheint. —

Perylen.

Aus den Absorptionsspektren des Perylens und seiner Derivate schließt A. Dadiou³⁵⁰⁾, daß der zentrale Ring die farbgebenden Elektronen enthalten muß, weil diese dort am dichtesten gepackt sind. — Bei der Sulfonierung von Perylen erhält Ch. Marschall³⁵¹⁾ Perylen-3,9- und -3,10-disulfonsäure. In diesen Verbindungen lassen sich die Sulfongruppen leicht gegen Brom auswechseln. Das Brom der 3,10-Verbindung ist seinerseits gegen Sauerstoff ersetzbar, wodurch man bequem zu dem 3,10-Perylenchinon gelangt. — A. Zinke und Mitarbeiter³⁵²⁾ oxydieren 3,10- und 4,10-Dihalogenperylene mit konzentrierter H_2SO_4 zu

³⁴⁵⁾ Ebenda 187, 406.

³⁴⁶⁾ Ebenda 186, 1027, 1166; 187, 266, 385.

³⁴⁷⁾ Ber. Dtsch. chem. Ges. 58, 1806.

³⁴⁸⁾ Bull. Int. Acad. Polon. Sciences Lettres 1921. Ber. Dtsch. chem. Ges. 58, 2544.

³⁴⁹⁾ Ber. Dtsch. chem. Ges. 61, 1675.

³⁵⁰⁾ Ztschr. physikal. Chem. 135, 347.

³⁵¹⁾ Bull. Soc. chim. France [4] 41, 74. Vgl. Kalle u. Co., D. R. P. 432 178. Chem. Ztrbl. 26, II, 2231. Bull. Soc. chim. France [4] 41, 706.

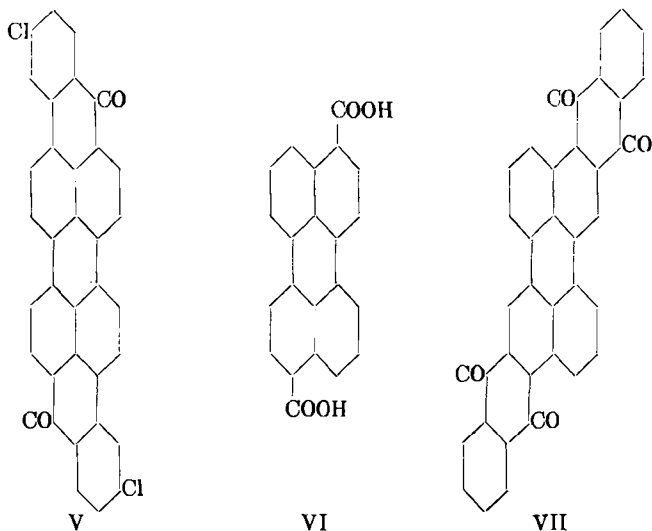
³⁵²⁾ Ber. Dtsch. chem. Ges. 58, 323, 330, 2222, 2386; 60, 577. Monatsh. Chem. 44, 379; 45, 231.

³⁴²⁾ Journ. chem. Soc. London 99, 2101; 1927, 1108.

³⁴³⁾ Ber. Dtsch. chem. Ges. 58, 2685.

³⁴⁴⁾ Compt. rend. Acad. Sciences 182, 1440, 1584; 183, 101; 185, 1085..

den entsprechenden Chinonen. Dibenzoylperylene läßt sich zu i-Violanthron (V ohne Cl) kondensieren. — 3,9-Di-p-Cl-benzoyl-4,10-dichlorperylene gibt mit KOH Dichlor-i-violanthron V. — Durch Umsetzung der entsprechenden Halogenderivate des Perylens mit CuCN und Verseifung des Dinitrils entsteht 3,9-Perylen-dicarbonsäure VI. Verbacken des Perylens mit Phthal-säureanhydrid und AlCl_3 liefert Perylenmono- und diphthaloxylsäure sowie Diphthaloylperylene VII³⁵³). —

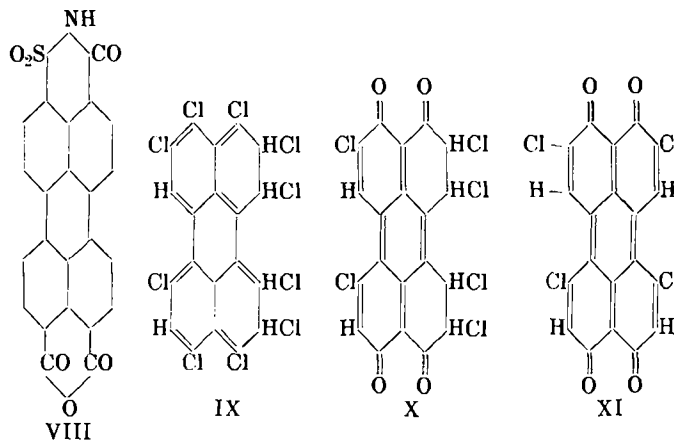


A. Zinke und A. Pongratz³⁵⁴) erhalten bei dem Versuch, chloriertes Perylen zu entchlören, ein Ge-

³⁵³) Monatsh. Chem. 48, 585, 593.

³⁵⁴) Ebenda 48, 639, 741; 50, 77, 87.

misch von Perylen und 3,9-Dichlorperylene. Daher wird das Ausgangsmaterial, $\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{Cl}_2$, für ein Gemisch aus acht- und zehnfach chloriertem Perylen gehalten. Bei der Bromierung von Perylen entsteht ein Gemenge von 3,9- und 3,10-Dibromperylene, deren Mutterlaugen bei der Cyanisierung ein Gemisch von Di- und Tricyanperylene liefern. Bei Einwirkung von konzentrierter H_2SO_4 auf das Trinitril bildet sich VIII, das Perylen-3-anhydrocarbonsäure-4-sulfimid-9,10-dicarbonsäureanhydrid. Über die Cyanisierung der 4,10-Diacyl- bzw. 4,10-diaroyl-3,9-dihalogenperylene vgl. Original. Bei der Chlorierung von Perylen bildet sich unter bestimmten Bedingungen Dekachlortetrahydroperylene IX, aus dem nach Abspaltung von HCl X hervorgeht. X kann weiter in XI übergeführt werden.



[A. 33.]

Eine Methode zur Reinigung von Spektralkohle.

Von Dr. G. HEYNE,

Studiengesellschaft für elektrische Beleuchtung, Osram-Konzern, Berlin.

(Eingeg. 23. Juni 1930.)

Soll eine Substanz nach den Methoden der Emissions-spektralanalyse untersucht werden und liegt sie nicht als kompaktes Stück, sondern als Pulver, Feilspäne oder als Lösung vor, so muß sie auf einem Träger zur Untersuchung gebracht werden. Dazu wird mit Vorteil reiner Graphit oder Bogenlampenkohle verwendet. Eine solche Trägersubstanz ist in vielen Fällen genügend rein, zumal wenn man seltene Elemente sucht; doch erscheinen immer die Linien der am häufigsten vorkommenden Elemente Al, Ca, Fe, Mg und Si, die bei manchen Untersuchungen stören.

Eine Reinigung auf chemischem nassen Wege durch langes Behandeln mit Flußsäure und Salzsäure, wie sie vielfach ausgeführt wird, kann nur die Menge der Verunreinigungen mehr oder weniger vermindern, sie aber kaum ganz entfernen, weil die Säuren meist selbst nicht frei von den oben genannten Metallen sind oder diese aus den Gefäßwandungen herauslösen und so auf die Kohle übertragen. Außerdem ist die lange Behandlungszeit unbequem und kann die Gefahr vergrößern, daß durch den Staub der Luft neue Verunreinigungen dazu kommen.

Von dergleichen Fehlern frei ist eine Reinigung, bei der die Kohle mit keinen anderen verunreinigten Stoffen in Berührung kommt. Glüht man die Kohle in einem indifferenten Gasstrom bei Temperaturen von 2500° oder höher aus, so verflüchtigt sich Eisen und Aluminium völlig, Silicium je nach der Glüh-temperatur weitgehend oder völlig, Calcium und Magnesium zum größten Teile.

Die Glühungen können praktisch auf zweierlei Weise durchgeführt werden:

1. im Kohlerohr,
2. durch direkten Stromdurchgang.

Nach der ersten Methode werden die zu behandelnden Kohlen als Bündel in einem vorher schon hoch ausgeglühten Kohlerohr auf 2500° oder höher erhitzt, während gleichzeitig ein Gasgemisch von Stickstoff und Wasserstoff (4 : 1) durch das Kohlerohr geleitet wird. Es genügt, die Temperatur etwa eine halbe Stunde auf der genannten Höhe zu halten.

Nach der zweiten Methode spannt man einen einzelnen Kohlestab zwischen Kohlebacken ein und erhitzt ihn durch Stromdurchgang auf die angegebene Temperatur. Er steht dabei in einer Glocke, durch welche Stickstoff-Wasserstoffgemisch geleitet wird. Es genügt eine Glühdauer von 5—10 Minuten. Da man auf diese Weise verhältnismäßig leicht auf Temperaturen von 3000° kommen kann, erreicht man so besonders reine Kohlen. Doch ist dieser Weg zur Bewältigung einigermaßen größerer Mengen von Kohlestäben umständlich.

Beide Methoden hatten den gewünschten Erfolg. Sämtliche Eisenlinien, z. B. die Gruppen um 2400 Å, 2600 Å und 2739,6—2755,7 Å verschwanden völlig, desgleichen die Aluminiumlinien 2631,6 Å, 3092,7 Å, 3092,9 Å¹⁾ und 3961,5 Å. Von den Siliciumlinien waren

¹⁾ In dem benutzten Zeiss-Spektrographen für Chemiker, Plattengröße 13×18 cm, erschienen die Linien 3092,7 und 3092,9 Å als eine Linie.