

425. Ed. Lippmann und Isidor Pollak: Ueber die Darstellung des Anthraphenons.

[Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium des Hrn. Prof. Dr. Lippmann an der k. k. Universität in Wien.]

(Eingegangen am 2. August 1901.)

Wie bereits früher¹⁾ ausgeführt wurde, erhielt man bei der Darstellung des Anthraphenons mit Aluminiumchlorid unter Zusatz von ca. 10 pCt. wasserhaltigen²⁾ Chlorids eine geringe Ausbeute (ca. 28 pCt.) des bei 148° schmelzenden Ketons. Als wir aber das Chlorid durch Chlorzink ersetzten, stieg die Ausbeute wie die Reinheit des erhaltenen Productes beträchtlich. Während früher das bei 158—160° schmelzende Keton — ein Gemenge von Anthracen und Anthraphenon — wie das bei 148° schmelzende — also reine — Keton erhalten wurden, beschränkt sich die jetzige Darstellung ausschliesslich auf das letztere Product.

190 g blaustichiges Anthracen, welches wir in ausgezeichneter Qualität der Güte der Höchster Farbwerke verdanken, wurden in 1900 g Schwefelkohlenstoff suspendirt und mit 200 g Benzoylchlorid versetzt. Die Reaktionsmasse wurde nach Zusatz von 5 g Zinkstaub in einem Rundkolben auf einem continuirlichen Wasserbade mit Kühler ca. 480 Stunden in mässigem Kochen erhalten, bis endlich kein Salzsäuregas mehr entwich. Nach dem Abdestilliren des Schwefelkohlenstoffs wurde der dunkelbraune Rückstand getrocknet, pulverisirt und zur Entfernung des Benzoylchlorids mit Lauge gekocht, worauf dann das gebildete Natriumbenzoat mit Wasser entfernt wurde. Das auf Thonplatten getrocknete Product wurde aus wenig Xylol umkrystallisirt. Nachdem zur Beschleunigung der Ausscheidung mit Eis gekühlt wurde, saugten wir das Product ab und entfärbten mit Aether. So gewonnen, stellt das Product hellgelbe, bei 148° schmelzende Krystalle dar, die bereits bei 145° sintern. Die Ausbeute betrug 234 g = 78 pCt. der Theorie. Hiervon schmolzen 200 g bei 148°, und 34 g, welche aus der letzten Mutterlauge gewonnen wurden, bei 143°; diese können aber durch Umkrystallisiren noch weiter gereinigt werden.

¹⁾ Diese Berichte 33, 3086 [1900].

²⁾ R. Scholl hat bereits, diese Berichte 32, 3492 [1899], bei Gelegenheit der directen Aldoximierung des Benzols, dem AlCl_3 zur Einleitung der Reaction eine berechnete Menge $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ zugesetzt.