

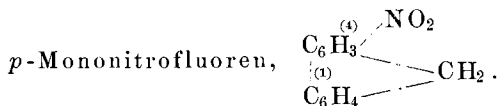
22. Jos. Strasburger: Ueber *p*-Amidofluoren.

[Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Bonn.]

(Eingegangen am 15. Januar.)

Vor kurzem¹⁾ zeigte ich, dass das bei 257^o schmelzende Mononitrophenanthrenchinon die Nitrogruppe in Parastellung zur Bindungsstelle der beiden Phenylenreste enthält, denn es lässt sich durch weitere Nitrirung in das *p*-Dinitrophenanthrenchinon von bekannter Constitution überführen. Durch Oxydation geht das *p*-Mononitrophenanthrenchinon in die *p*-Mononitrodiphensäure über, daraus entsteht durch Reduktion die *p*-Amidodiphensäure und durch Destillation des salzsauren Salzes dieser Säure über gelöschten Kalk — eine Base in geringer Quantität, deren Analyse auf Monoamidofluoren stimmende Werthe ergab.

Die am Schlusse der letzten Mittheilung in Aussicht gestellten Versuche, vergleichshalber aus dem Fluoren selbst ein Monoamidofluoren darzustellen, haben folgende Resultate ergeben:



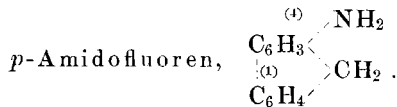
Barbier²⁾ beschreibt ein Mononitroderivat des Fluorens, das er durch vierundzwanzigstündiges Erhitzen des Kohlenwasserstoffs mit verdünnter Salpetersäure erhalten hat. Seinen Angaben nach bildet das Nitrofluoren ein gelbroth gefärbtes Pulver, für das kein bestimmter Schmelzpunkt angegeben werden kann. Ich wiederholte diesen Versuch und erhielt in der That ein gelb gefärbtes Pulver, das nicht zum Krystallisiren zu bringen war. Die wenig ansprechenden Eigenschaften dieser Verbindung veranlassten mich die nähere Untersuchung derselben aufzugeben, umso mehr als es mir auf anderem Wege gelungen war ein krystallisirtes Mononitrofluoren zu erhalten.

Trägt man in ein Gemenge gleicher Volumina rauchender Salpetersäure und Eisessig Fluoren ein, so wird *p*-Dinitrofluoren gebildet, fügt man aber zu einer kalt gesättigten Auflösung des Kohlenwasserstoffs in Eisessig Salpetersäure von 1.4 specifischem Gewicht hinzu und erhitzt bis zum Aufkochen, so scheidet sich bald eine Verbindung in schwach gelb gefärbten Nadeln aus und bei völligem Erkalten erstarrt die Masse zu einem krystallinischen Brei. Nach zweimaligem Umkrystallisiren aus Alkohol ist die Verbindung vollkommen rein und

¹⁾ Diese Berichte XVI, 2346.

²⁾ Ann. Chim. Phys. V, 7, 497.

giebt bei der Analyse auf Mononitrofluoren stimmende Zahlenwerthe. Der Schmelzpunkt liegt bei 154° . — Die Nitrogruppe in dem so gewonnenen Nitrofluoren befindet sich in Parastellung zu der Bindungsstelle der beiden Phenylenreste. Oxydirt man nämlich das Nitrofluoren in Eisessiglösung mit Chromsäure, so geht es in ein Nitrodiphenylenketon über, welches bei $217\text{—}218^{\circ}$ schmilzt. Dieses ist offenbar identisch mit dem von G. Schultz¹⁾ aus Diphenylenketon dargestellten Nitrodiphenylenketon, welches bei 220° schmilzt, und von dem G. Schultz nachwies, dass es die Nitrogruppe in Parastellung zur Bindungsstelle der beiden Phenylenreste enthält.



Beim Eintragen einer heissen alkoholischen Lösung des Nitrofluorens in eine Mischung von Zinn und rauchender Salzsäure geht die Amidirung mit Leichtigkeit vor sich. Das Zinndoppelsalz wird mit Schwefelwasserstoff in der Wärme zerlegt und das Filtrat vom Schwefelzinn eingedampft. Schon in der Wärme beginnt das schwerlösliche salzsaure Salz sich abzuscheiden. Aus der Lösung desselben in Wasser wird die Base mit Ammoniak in Form von weissen Flocken gefällt. Aus verdünntem Alkohol scheidet sich das Amidofluoren bald in hellgrauen, bald in hellbraunen Nadeln ab, die nach mehrfachem UmkrySTALLISIREN bei $124\text{—}125^{\circ}$ schmolzen. Den Schmelzpunkt für das Amidofluoren aus *p*-Amidodiphensäure gab ich bei 123° an; bei der geringen Menge der Verbindung, die mir zu Gebote stand, war eine weitgehende Reinigung nicht möglich gewesen, daher der sonst auch nicht beträchtliche Unterschied in der Schmelzpunktsangabe. Zur völligen Sicherstellung der Identität der Amidofluorene verschiedenen Ursprungs wurden Proben beider durch Kochen mit Essigsäureanhydrid in die Acetylverbindung übergeführt und für beide übereinstimmend der Schmelzpunkt $187\text{—}188^{\circ}$ gefunden. Augenblicklich bin ich mit dem Studium der Derivate des Amidofluorens beschäftigt und beabsichtige namentlich die Ersetzung der Amido- durch die Hydroxylgruppe zu versuchen.

Bonn, den 13. Januar 1884.

¹⁾ Ann. Chem. Pharm. 203, 103.