

fernt man am besten den letzten Rest unangegriffenen Anthrachrysons. Man erhält so gelbe Nadeln, zu deren Reinigung ein- bis zweimaliges Umkrystallisiren aus Eisessig genügt. Die Verbindung ist dann fast weiss mit einem Stich ins Gelbe; dieselbe löst sich in Alkohol und Benzol schwer, in siedendem Eisessig leicht und scheidet sich beim Erkalten fast vollständig wieder ab. Der Schmelzpunkt liegt bei 253°.

	Gefunden	Ber. für $C_{14}H_4(C_2H_3O)_4O_6$
C	59.74	60.00 pCt.
H	3.94	3.60 »

Eine Nitroverbindung des Anthrachrysons darzustellen ist mir nicht gelungen. In der Wärme wird das Anthrachryson von rauchender Salpetersäure zwar angegriffen, aber gleichzeitig gespalten. Man erhält ein in Wasser leicht lösliches und durch concentrirte Salpetersäure aus der Lösung fällbares Pulver, das aber ein Gemisch mehrerer Nitroproducte zu sein scheint, welches zu trennen mir bis jetzt nicht gelungen ist. Da anzunehmen war, dass Anthrachryson hierbei in Nitroproducte der *sym*-Dioxybenzoësäure gespalten würde, wurde auch die Nitrirung dieser Säure vorgenommen, aber andere Producte erhalten.

Versuche, durch die Kalischmelze das Anthrachryson in ein Penta- oder Hexaoxyanthrachinon überzuführen, führten zu keinem Ziele, da schmierige Producte entstanden.

Berlin, Organisches Laboratorium der Technischen Hochschule.

159. Ernst L. Cahn: Ueber Dimethylantrachryson.

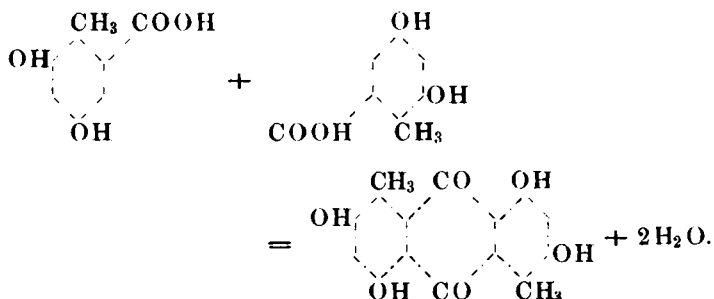
(Vorgetragen in der Sitzung von Hrn. Liebermann.)

Jacobsen und Wierss¹⁾ haben durch Erhitzen der Kresorsellinsäure, der Methyl-*s*-dioxybenzoësäure von der Formel $C_6H_2(OH)_2CH_3$. $CO_2H(OH : OH : CH_3 : COOH = 1 : 3 : 4 : 5)$ mit concentrirter Schwefelsäure ein von ihnen nicht näher untersuchtes Condensationsproduct erhalten, das von Liebermann und v. Kostanecki²⁾ als Anthrachinonderivat erkannt und Dimethylantrachryson genannt worden ist,

¹⁾ Diese Berichte XVI, 1960.

²⁾ Diese Berichte XVIII, 2142.

da die Vertheilung der Hydroxyle in ihm dieselbe sein muss, wie im Anthrachryson:



Dieses Condensationsproduct habe ich etwas näher zu erforschen gesucht, da ein Vergleich desselben mit dem Anthrachryson nicht ohne Interesse zu sein schien.

Zur Darstellung der Kresorsellinsäure ist bereits mitgetheilt worden¹⁾, dass die als Ausgangsmaterial benutzte *o*-Toluylsäure nach Sandmeyer's Methode²⁾ aus *o*-Toluidin bereitet wurde; bei dieser Darstellung ist es vortheilhaft, etwa das anderthalbfache der berechneten Menge an Kupfercyanür anzuwenden. Aus 50 g Toluidin wurden so etwa 30—35 g Nitril gewonnen, dessen Verseifung besser als nach der von Weith³⁾ angegebenen Methode gelingt, wenn man es mit der 4fachen Menge 75 procentiger Schwefelsäure anderthalb Stunden kocht. Die durch Destilliren mit Wasserdampf oder Umkrystallisiren aus verdünntem Weingeist gereinigte *o*-Toluylsäure liefert beim Sulfuriren eine fast quantitative Ausbeute an *o*-toluylsulfosaurem Natron, dagegen ist die Ueberführung des letzteren in Kresorsellinsäure mit grossem Verlust verbunden, welcher mir die Beschaffung meines Ausgangsmaterials sehr erschwerte. Die weitere Reinigung der Kresorsellinsäure geschah durch Ueberführen in das Bleisalz und Zersetzen des letzteren mit Schwefelwasserstoff.

Behufs Darstellung des Dimethylanthrachrysons wurde die Kresorsellinsäure mit 10 Theilen concentrirter Schwefelsäure im Wasserbade so lange auf 100° erhitzt, bis das Reactionsproduct eine dickflüssige Consistenz erlangt hatte; in Wasser gegossen fielen je nach der Dauer des Erhitzens gelbe bis braungrüne Flocken, die durch Dekantiren und Auswaschen auf dem Filter von der Schwefelsäure befreit wurden. Durch Barytwasser wird das Dimethylanthrachryson als Barytsalz gelöst, aus der filtrirten Lösung durch Salzsäure abgeschieden und

¹⁾ Diese Berichte XVIII, 2143, Anm.

²⁾ Diese Berichte XVIII, 2653.

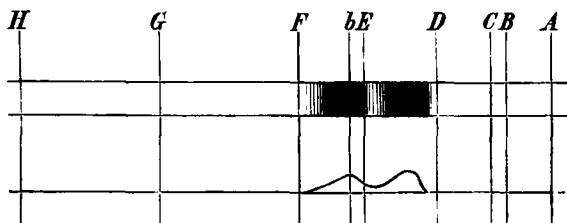
³⁾ Diese Berichte VI, 418.

aus Alkohol umkrystallisirt. Man erhält es so in kleinen Nadelchen, die ein der Goldbronce ähnliches Aussehen besitzen. Aus 3 g Kresorsellinsäure wurden etwa 1—1.5 g reines Condensationsproduct erhalten.

	Gefunden	Berechnet für $C_{16}H_{12}O_6$
C	63.46	64.00 pCt.
H	4.17	4.00 »

Dimethylantrachryson schmilzt noch nicht bei 360° und lässt sich schwer sublimiren, wobei es in rothgelben Blättchen erhalten wird. Es löst sich leicht in warmem Amylalkohol, Aceton, Chloroform sowie Eisessig, schwer in Aether und Schwefelkohlenstoff und ist unlöslich in Wasser, Benzol und Petroleumäther. Zum Umkrystallisiren eignet sich am besten Alkohol. In Kalilauge, Soda, Ammoniak, Kalk- und Barytwasser löst es sich mit gelbrother Farbe. Beizen färbt es nicht an.

In concentrirter Schwefelsäure lösen sich schon Spuren der Verbindung mit prachtvoll fuchsinrother Farbe; die Lösung zeigt bei genügender Verdünnung 2 Absorptionsbänder im Grün.



Ueber Zinkstaub destillirt liefert das Dimethylantrachryson einen dem Anthracen ähnlichen Kohlenwasserstoff.

Tetracetyldimethylantrachryson, $C_{14}H_2(CH_3)_2O_2(C_2H_3O_2)_4$, erhält man beim Acetyliren des Dimethylantrachrysons mit Essigsäureanhydrid und entwässertem Natriumacetat und reinigt es durch Auswaschen mit schwach alkalischem Wasser und einmaliges Umkrystallisiren aus Eisessig.

	Gefunden	Ber. für $C_{16}H_8O_2(C_2H_3O_2)_4$
C	61.32	61.54 pCt.
H	4.20	4.27 »

Die Verbindung bildet kanariengelbe, glasglänzende Nadeln, die bei 234° schmelzen; sie ist schwer löslich in Benzol, kaltem Eisessig und Alkohol, in der Hitze dagegen löst sie sich leicht.

Organ. Laborat. d. techn. Hochschule zu Berlin.