

siren und zeigte im Zustande vollkommener Reinheit den Schmp. 117°. Die Analyse stimmte auf einen Körper, der 1 Mol. Salzsäure weniger enthält als der vorige:

I. 0.1776 g Sbst.: 0.2446 g CO₂, 0.0474 g H₂O. — II. 0.177 g Sbst.: 0.2462 g CO₂, 0.0504 g H₂O. — III. 0.159 g Sbst.: 0.2022 g AgCl.

C₇H₆O₄Cl₂. Ber. C 37.33, H 2.66, Cl 31.55.
Gef. » I. 37.94, II. 37.56, » I. 3.19, II. 2.99, » III. 31.44.

Die Verbindung ist leicht löslich in Alkohol, Aether und Benzol, schwerer in Ligroin, auch von kaltem Wasser wird sie aufgenommen. Beim Erwärmen der wässrigen Lösung tritt ein stechender Geruch auf. In Alkali löst sich die Verbindung unter Braunfärbung auf.

Die Constitution dieser Verbindungen konnte noch nicht mit genügender Sicherheit aufgeklärt werden. Da Hr. W. Meyer verhindert ist, die Untersuchung dieser Verbindungen fortzusetzen, wurden diese bisher erhaltenen Resultate veröffentlicht, um das Arbeitsgebiet zu sichern.

221. Hermann Apitzsch: Zur Darstellung des Dibenzylketons.

Mittheilung aus dem pharm.-chem. Institut der Universität Erlangen].

(Eingegangen am 29. März 1904.)

H. Wieland¹⁾ empfiehlt im letzten Heft dieser Berichte, zur Darstellung des Dibenzylketons die Destillation des phenylelessigsauren Calciums im Vacuum vorzunehmen, wodurch die Ausbeute auf 60—70 pCt. der Theorie gesteigert werde.

Joung²⁾ führt die Destillation in einem von ihm angegebenen Apparat im Dampfe von siedendem Schwefel aus, nachdem das Calciumsalz bei einer 130° nicht übersteigenden Temperatur von seinem Krysalwasser (3 Mol.) befreit ist. Die Ausbeute an Keton beträgt nach Joung 76.6 pCt. der Theorie.

Nach Stobbe³⁾ eignet sich das Baryumsalz der Phenylelessigsäure, welches schon Radziszewski⁴⁾ empfohlen hatte, besser zur Darstellung des Ketons als das Calciumsalz, welches neben viel Toluol nur wenig Keton lieferte. Stobbe empfiehlt Destillation unter vermindertem Druck und giebt eine Ausbeute von etwa 50 pCt. an reinem Keton an.

Seit längerer Zeit mit einer Arbeit beschäftigt über die Einwirkung von Schwefelkohlenstoff und Aetzkali auf Dibenzylketon, über

¹⁾ Diese Berichte 37, 1143 [1904].

²⁾ Journal of the chem. Soc. 59, 625 [1891].

³⁾ Ann. d. Chem. 308, 175 [1899].

⁴⁾ Diese Berichte 3, 198 [1870].

die ich demnächst berichten werde, bediene ich mich zur Darstellung grösserer Mengen des Dibenzylketons des phenylessigsäuren Calciums mit bestem Erfolge nach folgendem Verfahren:

500 g phenylessigsäures Calcium (von Kahlbaum) werden in flachen Porzellanschalen bei 150—160° ungefähr eine Stunde getrocknet, bis alles Salz in eine viscose Masse verwandelt ist, die beim Erkalten glasig und spröde wird. Das getrocknete Salz (ungefähr 450 g) wird als grobes Pulver in zwei Portionen in nicht tubulirten Retorten von annähernd 300 ccm Inhalt aus Jenaer Verbrennungsglas mit vorgelegtem kurzem Luftkühler mittels eines Teclu-Brenners direct erhitzt, bis nur mehr theerige Producte übergehen. Die Menge des Rohdestillates beträgt ca. 300 g¹⁾.

Dieses, mit dem gleichen Volumen Aether aufgenommen, wird mit Natriumsulfat gut getrocknet und nach dem Abdestilliren des Aethers zwei bis drei Mal fractionirt. Die bei 324—325° (Anschütz-Thermometer) übergehende Fraction erstarrt in grossen, farblosen Krystallen, die einer weiteren Reinigung nicht bedürfen. Die Ausbeute an reinem Keton (Sdp.₇₃₉ 324—325°) beträgt ungefähr 240 g, entsprechend 83 pCt. der Theorie, da 500 g krystallwasserhaltiges Calciumsalz 288 g Keton entsprechen.

222. Carl Hell und Fr. Wiegandt: Ueber Verbindungen der Stilbenreihe.

[II. Mittheilung.]

α-Phenylstilben und Methylenäther des 3.4-Dioxy-stilbens.

(Eingegangen am 29. März 1904.)

Im weiteren Verlauf der Untersuchungen über die Einwirkung von Benzylmagnesiumchlorid auf aromatische Aldehyde und Ketone, welche zur einfachen Darstellung des Stilbens, *p*-Methoxystilbens und α-Methylstilbens geführt haben²⁾, theilen wir im Nachstehenden die Resultate mit, welche wir bei der Anwendung der Grignard'schen Synthese mit Benzylmagnesiumchlorid auf Benzophenon und Piperonal erhalten haben.

Diphenyl-benzyl-carbinol.

40 g Benzylchlorid werden in der 2¹/₂-fachen Menge Aether gelöst, mit 7.6 g Magnesium stehen gelassen, bis die Bildung des Benzylmagnesiumchlorids erfolgt ist, und dann mit der theoretischen Menge Benzophenon (58 g) zusammengebracht. Man kann das Letztere ent-

¹⁾ Popow (diese Berichte 6, 560 [1873]) erhielt aus 150 g phenylessigsäures Calcium nur 55 g Rohproduct.

²⁾ Diese Berichte 37, 453 [1904].