

Das Chlorhydrat scheidet sich beim Einleiten von gasförmiger Salzsäure in die Lösung der Base in Benzol als weisses Krystallpulver aus. Es schmilzt unscharf zwischen 225° und 230° unter Zersetzung. Es ist gut löslich in Alkohol und Eisessig, unlöslich in Benzol und Wasser.

0.1603 g Sbst.: 0.0578 g AgCl.

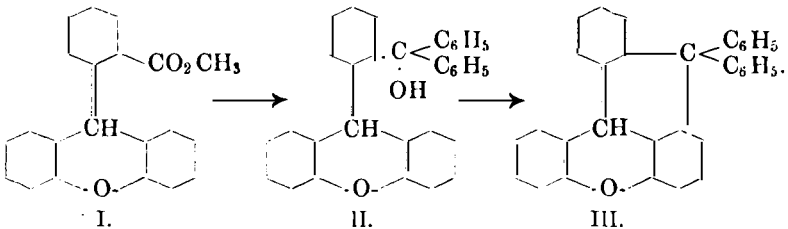
$C_{29}H_{21}N.HCl$. Ber. Cl 8.47. Gef. Cl 8.91.

715. Fritz Ullmann und Jacob Tcherniack: Ueber Diphenyl-*o*-Phenoxylen-Dihydroanthracen.

[Aus dem Techn.-chem. Institut der Königl. Technisch. Hochschule zu Berlin.]

(Eingegangen am 2. December 1905.)

Behandelt man Hydrofluoransäureester (I) (Phenolphthalinanhydrid¹⁾) mit Bromphenylmagnesium, so bildet sich Hydrofluorandiphenylcarbinol (II), das durch Behandeln mit Eisessig-Schwefelsäure ausserordentlich glatt in 10.10-Diphenyl-1.9-*o*-Phenoxylen-Dihydroanthracen übergeht (III).



Die Substanz ist also ein Derivat des von A. v. Baeyer zuerst dargestellten Phthalidins, kann aber auch als Diphenyl-*o*-benzylen-Xanthen aufgefasst werden²⁾.

Experimenteller Theil.

Die als Ausgangsmaterial dienende Hydrofluoransäure wurde aus Fluoran durch Reduction in saurer Lösung gewonnen. Der Vorgang verläuft rascher als das von A. v. Baeyer³⁾, sowie R. Meyer und Hoffmeyer⁴⁾ angegebene alkalische Reduktionsverfahren.

10 g Fluoran wurden in 100 ccm Eisessig und 5 ccm concentrirter Salzsäure gelöst, 10 g Zinkstaub, einige Tropfen Platinchloridlösung hinzugefügt

¹⁾ A. v. Baeyer, Ann. d. Chem. **212**, 350 [1882].

²⁾ Die Benennung verdanke ich dem freundlichen Vorschlag des Hrn. Prof. P. Jacobson.

³⁾ Ann. d. Chem. **212**, 350 [1882]. ⁴⁾ Diese Berichte **25**, 1388 [1892].

und während 2 Stunden unter Rückfluss gekocht. Aus der filtrirten, stark eingedampften Flüssigkeit schied sich beim Erkalten 7 g reiner Hydrofluoransäure aus, die durch Waschen mit Wasser von Zinksalzen befreit wurde. Der Schmelzpunkt liegt bei 227°.

0.1234 g Sbst.: 0.3587 g CO₂, 0.0526 g H₂O.

C₂₀H₁₄O₃. Ber. C 79.47, H 4.63.

Gef. » 79.28, » 4.71.

Der Hydrofluoransäure-methylester wurde durch Schütteln einer Lösung von 5 g Hydrofluoransäure in 50 ccm 10-proc. Soda-lösung mit 2.5 g Dimethylsulfat dargestellt. Aus der alkalischen Lösung schied sich 4.5 g Ester vom Schmp. 124° und den von R. Meyer¹⁾ angegebenen Eigenschaften aus.

Hydrofluoran-diphenyl-carbinol (Formel II).

Zur Auflösung von 1.2 g Magnesium in 9 g Brombenzol und 25 ccm Aether wurde eine Lösung von 6 g Hydrofluoransäuremethylester in 25 ccm Aether hinzugefügt und während 2 Stunden unter Rückfluss erhitzt. Die breiartige Reaktionsmasse wurde hierauf mit Eis und verdünnter Schwefelsäure zersetzt und flüchtige Substanzen mit Dampf abgeblasen. Das rohe Carbinol erstarrte beim Erkalten und wurde durch einmalige Krystallisation aus Benzol völlig rein erhalten (4.5 g). Das Hydrofluorandiphenylcarbinol bildet weisse, bei 196° schmelzende Kryställchen, welche bei gewöhnlicher Temperatur leicht von Aether, sehr schwer von Benzol, Eisessig und Alkohol aufgenommen werden, jedoch lösen letztere Solventien reichliche Mengen in der Siedehitze. Englische Schwefelsäure wird orange gelb gefärbt.

0.1191 g Sbst.: 0.3847 g CO₂, 0.0607 g H₂O.

C₃₃H₂₄O₂. Ber. C 87.27, H 5.45.

Gef. » 88.01, » 5.65.

Diphenyl-*o*-Phenoxylen-Dihydroanthracen (Formel III).

Als zur siedenden Lösung von 1 g Hydrofluorandiphenylcarbinol in 10 Th. Eisessig einige Tropfen concentrirter Schwefelsäure hinzugefügt wurden, färbte sich die Lösung orange gelb, und nach kurzem Kochen schied sich 0.9 g Diphenyl-*o*-Phenoxylen-Dihydroanthracen in weissen Kryställchen aus. Nach dem Waschen mit Alkohol waren sie völlig rein. Der Schmelzpunkt liegt bei 325°.

Die Substanz wird von Alkohol, Aether, Eisessig in der Kälte kaum, in der Siedehitze sehr schwer gelöst. Siedendes Benzol oder Toluol nehmen sie besser auf.

0.1231 g Sbst.: 0.4095 g CO₂, 0.0588 g H₂O.

C₃₂H₂₂O. Ber. C 90.99, H 5.21.

Gef. » 90.74, » 5.23.

¹⁾ Diese Berichte 28, 432 [1895].