

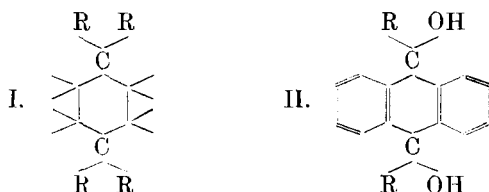
**169. Latham Clarke:**  
**Über Derivate des Dihydro-anthracens.**

[Vorläufige Mitteilung.]

(Eingegangen am 15. Februar 1908.)

In der vorliegenden Notiz sollen die ersten Resultate veröffentlicht werden, die bei einer die Derivate des Dihydro-anthracens behandelnden Untersuchung erhalten worden sind; hieran soll sich später ein eingehenderes Studium von Substanzen mit der Gruppe I anschließen.

Unsere erste Aufgabe war demgemäß die Herstellung von Körpern mit dem Komplex II, welche sich durch Umsetzung des



Anthrachinons mit Alkylmagnesiumsalzen gewinnen lassen mußten, nachdem bereits eine ganz ähnliche Reaktion zwischen dem Anthrachinon und Phenylmagnesiumbromid von Haller und Guyot<sup>1)</sup> vor einiger Zeit beschrieben worden ist.

Bei einem typischen Versuch lösten wir 24 g Magnesiumdrehspeäne in einem Gemisch von 120 g Äthylbromid und 120 g trockenem Äther; durch einen langen senkrechten Kühler wurde dann allmählich Anthrachinon hinzugegeben. Anfangs reagierte letzteres ziemlich heftig mit dem Äthylmagnesiumbromid, wobei eine braunrote Färbung auftrat; später war jedoch keine sichtbare Einwirkung mehr festzustellen. Im ganzen wurden ungefähr 50 g Anthrachinon angewendet. Das Gemisch wurde dann 3 Tage hindurch erhitzt und nach Ablauf dieser Zeit mit 200 g Wasser und soviel verdünnter Schwefelsäure vermischt, daß saure Reaktion festgestellt werden konnte. Die sich abhebende ätherische Schicht enthielt das unveränderte Chinon suspendiert; die durch Filtrieren des Lösungsmittels isolierte Quantität des letzteren war ungefähr gleich der Hälfte der in Arbeit genommenen Gesamtmenge.

Als die filtrierte ätherische Lösung in einer locker mit dem Uhrglase bedeckten Glasschale beiseite gestellt wurde, schieden sich im Verlaufe von etwa einer Stunde große, grünlichweiße Nadeln aus, von welchen einige 2 cm lang und 2—4 mm dick waren. Diese Krystalle

<sup>1)</sup> Compt. rend. **138**, 327 [1904].

wurden abgesaugt und mit Äther gewaschen, wobei sie rasch zu einem weißen, amorphen Pulver zerfielen. Aus der Lösung des letzteren in warmem Äther schieden sich beim Erkalten wiederum Krystalle aus; die quantitative Bestimmung zeigte, daß die Substanz nunmehr 1 Mol. Krystalläther enthielt:

0.4760 g Sbst. verloren 0.1009 g Äther.

$C_{18}H_{20}O_2 \cdot (C_2H_5)_2O$ . Ber. Äther 21.63. Gef. Äther 21.19.

Das weiße Pulver war in Alkohol löslich und krystallisierte aus diesem Solvens in dünnen, weißen, rhomboedriscen Tafeln, die Krystallalkohol enthielten, der beim Liegen an der Luft jedoch schon innerhalb einer Stunde vollständig wieder abgegeben wurde. Die bei  $175^{\circ}$  schmelzende Substanz gab bei der Oxydation Anthrachinon und erwies sich durch die folgende Analyse als *symm. ms*-Diäthyl-dioxy-dihydro-anthracen:  $C_6H_4 \left\langle \begin{array}{l} C(C_2H_5)(OH) \\ C(C_2H_5)(OH) \end{array} \right\rangle C_6H_4$ .

0.1226 g Sbst.: 0.3634 g  $CO_2$ , 0.0839 g  $H_2O$ .

$C_{18}H_{20}O_2$ . Ber. C 80.79, H 7.38.

Gef. » 80.82, » 7.60.

Als die ätherische Mutterlauge des ursprünglichen Reaktionsproduktes stark eingeeengt wurde, fiel noch ein zweiter Anschuß weißer Krystalle aus; nachdem dieser abgetrennt und das Filtrat bis zum völligen Verdunsten des Äthers beiseite gestellt worden war, hinterblieb ein rotbraunes Öl. Dasselbe wurde mit dem dreifachen Volumen kalten Ligroins vom Sdp.  $80-100^{\circ}$  behandelt, wobei alles mit Ausnahme eines citronengelben Rückstandes in Lösung ging. Aus der alkoholischen Lösung dieser gelben Substanz schieden sich kleine, gelbe Prismen aus, die Krystallalkohol enthielten, der aber auch in diesem Fall beim Liegen an der Luft rasch (etwa innerhalb einer Stunde) abgegeben wurde. Die Verbindung besaß dann der Analyse nach die Formel  $C_{15}H_{16}O$  bzw.  $[C_{10}H_{15}O]_2$ . Schmp.  $159^{\circ}$ .

0.1149 g Sbst.: 0.3692 g  $CO_2$ , 0.0696 g  $H_2O$ .

$C_{15}H_{16}O$ . Ber. C 87.09, H 6.45.

Gef. » 87.54, » 6.53.

Das Ligroin-Filtrat gab beim Verdampfen einen gelblichbraunen, öligen Rückstand, aus dem sich eine kleine Menge feiner, haarähnlicher Nadeln langsam ausschied. Die Isolierung und Reinigung dieses Produktes ist jedoch recht schwierig und konnte bisher noch nicht in zufriedenstellender Weise erreicht werden.

Die Untersuchung wird fortgesetzt und soll auch auf andere Alkylderivate ausgedehnt werden.

Cambridge, Mass., 20. Januar 1908.