

startete. Diese wurden nach dem Abpressen auf Ton aus ein paar Tropfen Alkohol umkrystallisiert und durch Schmelzpunkt und Mischprobe als *p*-Nitrobenzalchlorid identifiziert. Die Ausbeute blieb begreiflicherweise bedeutend hinter der Theorie zurück; doch haben wir den Eindruck gewonnen, daß der Versuch, mit größeren Mengen angestellt, die eine Destillation des *p*-Nitrobenzalchlorids gestatteten, auch in quantitativer Beziehung ein befriedigendes Resultat ergeben würde. Leider stand uns die hierzu nötige Quantität Äther nicht mehr zur Verfügung.

*α, α'*-Dibrom-4,4'-dinitro-dibenzyläther.

12 g (2 Mol.) *p*-Nitrobenzaldehyd werden in einem Erlenmeyer-Kolben mit 17,2 g (1 Mol.) Phosphorpentabromid  $\frac{1}{2}$  Stunde lang auf dem Wasserbade zusammengeschmolzen. Nach dem Erkalten wird durch Äther *p*-Nitrobenzalbromid und Phosphoroxybromid in Lösung gebracht; den Rückstand erwärmt man zur Entfernung des unveränderten Aldehyds ganz gelinde mit Natriumbisulfidlösung. Man erhält so im Mittel 7,5 g *α, α'*-Dibrom-4,4'-dinitro-dibenzyläther = 42 % der Theorie.

Er löst sich kaum in Ligroin und Äther, mäßig in heißem Aceton, Chloroform, Essigester und Benzol, mehr in Toluol. Beim Umkrystallisieren aus Xylol, das ihn reichlich aufnimmt, machen sich schon Zersetzungserscheinungen bemerkbar. Die Krystalle haben im Habitus Ähnlichkeit mit *α, α'*-Dichlor-4,4'-dinitro-dibenzyläther und schmelzen ebenfalls ganz unscharf nach längerem Sintern bei mäßig langsamem Erhitzen in der Nähe von 175°. Die Haltbarkeit der Verbindung an feuchter Luft ist wie die des entsprechenden Äthers aus *o*-Nitrobenzaldehyd eine beschränkte.

0.1665 g Sbst.: 0.2297 g CO<sub>2</sub>, 0.0352 g H<sub>2</sub>O. — 0.1681 g Sbst.: 9.1 ccn N (14°, 745 mm). — 0.1469 g Sbst.: 0.1236 g AgBr.

C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>N<sub>2</sub>Br<sub>2</sub>. Ber. C 37.66, H 2.26, N 6.29, Br 35.85.  
Gef. » 37.63, » 2.36, » 6.31, » 35.81.

**381. Hugo Bauer: *α*-Dinaphthylketon.**

(Eingegangen am 1. Juli 1909.)

Im letzten Hefte dieser Berichte (S. 2388) beschreiben Julius Schmidlin und Paul Massini eine Darstellung von *α*-Dinaphthylketon aus *α*-Naphthylmagnesiumbromid und Naphthoesäurechlorid. Ich versuchte schon vor mehreren Jahren gemeinsam mit Hrn. Dr. Reichert eine Darstellungsmethode dieses Ketons auszuarbeiten, da ich es als Ausgangsmaterial zur Synthese verschiedener *α*-Dinaphthyläthene verwenden wollte. Zu diesem Zwecke schlugen wir seinerzeit den Weg

ein, durch Oxydation mit Chromsäure das  $\alpha$ -Dinaphthyl-carbinol in das Keton überzuführen. Die letztere Verbindung erhielten wir auf demselben Wege wie die beiden genannten Forscher, doch war die Ausbeute durch große Mengen von harzigen Schmieren sehr beeinträchtigt, was wohl auf die Verwendung von nicht genügend getrocknetem Äther beruhen dürfte. Das durch Anreiben mit Petroläther und nachheriges Umkrystallisieren aus Alkohol erhaltene Produkt zeigte den Schmp. 145—146° und stimmte auch in seinen sonstigen Eigenschaften, vor allem der Färbung in konzentrierter Schwefelsäure, mit den Angaben von Schmidlin und Massini überein.

Das Keton zeigte den Schmp. 100—101° und bildete nahezu farblose Nadeln.

0.1116 g Sbst.: 0.3674 g CO<sub>2</sub>, 0.053 g H<sub>2</sub>O.  
 C<sub>21</sub>H<sub>14</sub>O. Ber. C 89.4, H 5.0.  
 Gef. » 89.8, » 5.3.

Ich möchte dieser Notiz noch zufügen, daß ich später gemeinsam mit Hrn. Adolf Jaiser auch methoxylierte gemischte Naphthylketone aus den entsprechenden Carbinolen durch Oxydation mit Chromsäure in eisessigsaurer Lösung herzustellen suchte. Aber auch hier war die Ausbeute so gering, daß ich von der weiteren Untersuchung Abstand nahm.

Aus der Magnesiumverbindung des  $\alpha$ -Jod- $\beta$ -methoxy-naphthalins und Benzaldehyd erhielten wir so ein Phenyl- $\beta$ -methoxynaphthyl-carbinol in farblosen Nadeln vom Schmp. 237°, das sich in konzentrierter Schwefelsäure mit tieferer Farbe löste.

Endlich erhielten wir noch sowohl aus  $\alpha$ -Naphthyl-phenyl-keton und Benzylmagnesiumchlorid, als auch aus Desoxybenzoin und  $\alpha$ -Naphthylmagnesiumbromid ein  $\alpha$ -Naphthyl-phenyl-benzyl-carbinol. Schöne farblose Krystalle. Schmp. 149—150°.

0.193 g Sbst.: 0.6291 g CO<sub>2</sub>, 0.1135 g H<sub>2</sub>O.  
 C<sub>24</sub>H<sub>20</sub>O. Ber. C 88.8, H 6.2.  
 Gef. » 88.9, » 6.6.

Von einer weiteren Bearbeitung des Gebietes in dieser Richtung habe ich vorläufig Abstand genommen.

Stuttgart, Juni 1909. Laboratorium für reine und pharm. Chemie.  
 Kgl. Techn. Hochschule.