

*Se*-Jodäthyl-*N*-allyl-selenharnstoff bezw. *Se*-Äthyl-*N*-allyl-pseudoselenharnstoff-Jodhydrat.

16.3 g Allyl-selenharnstoff werden mit 15.6 g Jodäthyl in alkoholischer Lösung vereinigt. Man erwärmt kurz am Rückflußkühler, läßt noch einige Stunden stehen und destilliert dann im Vakuum den Alkohol ab. Die zurückbleibende Krystallmasse wird auf Ton gestrichen, danach in Alkohol gelöst und mit Äther ausgefällt. Farblose Krystalle. Schmp. 100°. Spielend löslich in Wasser.

0.3048 g Sbst.: 0.2254 g AgJ.

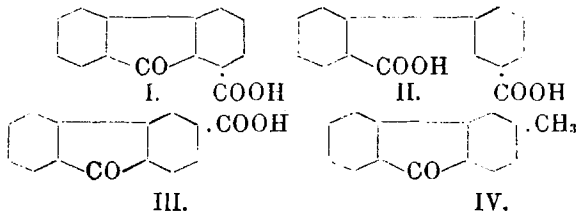
$C_6H_{12}N_2JSe$  (319 I). Ber. J 39.78. Gef. J 39.97.

Das Jodäthylat ist gegen Luft und Licht weit beständiger als Allyl-selenharnstoff, doch nimmt das in reinem Zustand geruchlose Präparat an der Luft bald einen unangenehmen, gewürzigen Geruch an. Beim Erwärmen mit Alkalien macht sich ein sehr penetranter Geruch bemerkbar.

**233. A. Sieglitz und J. Schatzkes: Über eine Synthese der Iso-diphensäure. (Studien in der Fluoren-Reihe, 4. Mitteilung.)**

(Eingegangen am 25. Juni 1921)

In einer kürzlich erschienenen Arbeit haben F. Mayer und K. Freitag<sup>1)</sup> die Konstitution der zuerst von Fittig<sup>2)</sup> beim Abbau des Fluoranthens erhaltenen Iso-diphensäure (Diphenyl-2.3'-dicarbonsäure, II.) durch deren Synthese aus 2.3'-Dimethyl-diphenyl sicher gestellt.



Diese Säure, welche Fittig durch Kalischmelze von Fluorenon-1-carbonsäure (I.) erhielt, mußte auch durch Spaltung der einzigen noch unbekanntem Fluorenon-carbonsäure<sup>3)</sup>, der 3-Säure (III.), erhältlich sein.

<sup>1)</sup> B. 54, 347 [1921].    <sup>2)</sup> A. 193, 155 [1878]; 200, 9 [1880].

<sup>3)</sup> 1-Säure: Fittig, A. 193, 149 [1878]; 200, 6 [1880]. — 2-Säure: Bamberger, A. 229, 158 [1885]. — 4-Säure: Gräbe, A. 247, 261 [1888].

Letztere entsteht leicht bei der Oxydation des nach Ullmann darstellbaren 3-Methyl-fluorenon (IV.)<sup>1)</sup>. Sie liefert beim Verschmelzen mit Kali tatsächlich die erwartete Iso-diphensäure (II.).

Somit ist für die Konstitution der Iso-diphensäure ein neuer Beweis erbracht. Für präparative Zwecke kommt dieser Weg der Darstellung jedoch nicht in Betracht.

### Versuche.

#### Methyl-3-fluorenon (IV.)

wurde nach Ullmann aus Toluol, Toluol-*p*-sulfochlorid und Anthranilsäure dargestellt<sup>2)</sup>. Schmp. 68°. Bei der Reduktion von 1 g des Ketons durch 8-stündiges Erhitzen unter Druck mit 2 ccm 50-proz. Jodwasserstoffsäure und 0.2 g rotem Phosphor auf 150° entstand das Methyl-3-fluorenon von Vorländer<sup>3)</sup>. Schmp. 88°.

#### Fluorenon-3-carbonsäure (III.).

Das Keton wurde mit einem Überschuß (10 %) 2-proz. Permanganat-Lösung 16 Stdn. gekocht. Bei folgender Wasserdampf-Destillation geht etwa  $\frac{1}{4}$  des Ketons unverändert über. Nach Filtrieren vom Braunstein fällt die Säure beim Ansäuern in gelben Flocken aus. Aus Eisessig umkrystallisiert, bildet sie feine, gelbe Krystallwärzchen vom Schmp. 285—286°.

18.165 mg Sbst.: 49.840 mg CO<sub>2</sub>, 6.360 mg H<sub>2</sub>O.

C<sub>14</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub> (224.13). Ber. C 74.99, H 3.60.

Gef. » 74.85, » 3.92.

Bei der Kalischmelze entsteht

#### Iso-diphensäure (II.)

in feinen, weißen Nadeln, die nach Erweichen bei 195° den Schmelzpunkt 213—214° zeigten. Der Misch Schmelzpunkt mit der synthetischen Iso-diphensäure, welche mir von Hrn. Prof. Dr. F. Mayer freundlichst zur Verfügung gestellt wurde, lag bei 213—214°.

München, Juni 1921.

<sup>1)</sup> B. 31, 1694 [1898]; 35, 4273 [1902].

<sup>2)</sup> Für die Überlassung von Toluol-*p*-sulfochlorid und Anthranilsäure spreche ich den Höchster Farbwerken meinen Dank aus. Sieglitz.

<sup>3)</sup> B. 46, 1793 [1913].