

325. W. Koblitz und H. Wittmeyer: Zur Darstellung von Rubren.

[Aus d. Institut für Physikal. Chemie d. Universität Frankfurt a. M.]
(Eingegangen am 20. Juni 1936.)

Die von Bowen¹⁾ für die Darstellung von Rubren aus Triphenyl-propargylalkohol angegebene Arbeitsvorschrift ließ sich in folgender Weise abändern:

6 g Triphenyl-propargylalkohol (Schmp. 78—80°) wurden in 30 ccm Benzol gelöst und die klare farblose Lösung unter Eiskühlung mit 12 ccm eiskaltem Thionylchlorid, in dem eine Spur Aluminiumchlorid aufgelöst war, portionsweise unter Schütteln versetzt. Die gelb bis grün gefärbte klare Lösung wurde zur Entfernung von SO₂ und HCl erschöpfend mit Eiswasser und mit wäßr. NaHCO₃-Lösung behandelt. Die abgehobene Benzol-Lösung wurde im Vakuum, unter gelindem Erwärmen zur Trockne eingedampft und der feste Rückstand 2 Stdn. auf 120° im Vakuum erhitzt. Das spröde, braunrote Reaktionsprodukt (5.5 g) wurde gemäß den Angaben von Bowen gereinigt und ergab 2.2 g reines Rubren vom Schmp. 224°.

Aus den Angaben von Bowen ergibt sich eine auf Triphenyl-propargylalkohol bezogene Ausbeute von 25%, die wir bei der Nacharbeitung seiner Vorschriften nicht erreichen konnten, während die hier mitgeteilte Abänderung der Methode in bequemer Weise zu einer entsprechenden Ausbeute von 40% führt.

¹⁾ Journ. chem. Soc. London 1934 II, 1098.

Berichtigungen.

B. 69 [1936], Heft 6, S. 1527, 145 mm v. o. lies: „2-Chlor-pyridin-5-arsinsäure“ statt „2-Chlor-5-amino-pyridin“; ebenda S. 1533, 68 mm v. o. lies: „2-Pyridon-5-arsin-dichlorid-Monochlorhydrat“ statt „2-Pyridon-5-arsin-chlorid-Monochlorhydrat“; dgl. 90 u. 105 mm v. o. lies: „C₅H₄ON.AsCl₂“ statt „C₅H₃ON.AsCl₂“.
