

Dabei kristallisiert das Hydrierungsprodukt teilweise aus. Zunächst wird bis zur völligen Lösung der org. Substanz erwärmt, dann vom Katalysator abfiltriert. Beim Abkühlen kristallisieren 40 mg der Verb. X aus. Durch Eindampfen der Mutterlauge werden weitere 28 mg (zus. 89% d.Th.) etwas weniger reiner Substanz gewonnen. Dieser Abdampfrückstand wird aus Dioxan umkristallisiert und mit der Hauptmenge vereinigt. Nach einer weiteren Umkristallisation resultieren farblose, lange Prismen vom konstanten Schmp. 303° (korr.). Die Verbindung gibt keine Eisenchlorid-Reaktion. Zur Analyse wird bei 80°/12 Torr über Diphosphorpentoxyd getrocknet.

$C_{82}H_{22}O_{10}$ (566.6) Ber. C 67.83 H 3.91 Gef. C 68.07 H 4.22

10. Ellagorubin aus 5,5'-Di-C-benzyl-ellagsäure (Bernauer)

1 g 5,5'-Di-C-benzyl-ellagsäure wird unter Stickstoff mit 45 ccm 1*n*-NaOH versetzt. Dann werden unter lebhaftem Rühren 3 ccm Benzylchlorid zugegeben, worauf Verfärbung einsetzt. Zu der auf 70° gehaltenen Mischung werden in wenigen Minuten 10 ccm 5*n*-NaOH gegeben. Es scheidet sich ein dunkler Niederschlag aus. Nach 1 Stde. wird noch heiß abgesaugt. Der Niederschlag wird mit wenig eiskaltem Dioxan und dann mit Äther gewaschen. Die Ausb. an dunkelblauem Dinatriumsalz beträgt 750 mg.

Das Filtrat wird noch einmal in das Reaktionsgefäß gebracht, mit weiteren 10 ccm 5*n*-NaOH versetzt und wie zuvor bei 70° weitergerührt. Es scheidet sich dabei jedoch kein blaues Salz mehr aus.

Das Natriumsalz wird zur Zerlegung mit 10 ccm heißem Eisessig gründlich durchgerieben. Nach Abkühlen wird abgesaugt, mit wenig Eisessig und dann mit Methanol gewaschen. Nach dem Trocknen erhält man 443 mg eines scharlachroten Kristallisats (31% d.Th.).

Zur Analyse wird eine Probe zweimal im Mikro-Frittensoxhlet mit Essigester umkristallisiert. Es resultieren rote Kristalle, die ab 200° sintern und bei 213–215° zusammenfließen.

Trocknung bei 56°/12 Torr über Diphosphorpentoxyd.

$C_{42}H_{30}O_8$ (482.4) Ber. C 76.12 H 4.56 Gef. C 75.87 H 4.65

11. UV-Spektren

Die UV-Spektren wurden mit dem Beckman-Spektrophotometer DU gemessen. Als Lösungsmittel diente sorgfältig gereinigtes Dioxan¹⁸⁾; für Ellagsäure wurde Dioxan/Wasser 4:1 verwendet.

17. Hubert Jaeschke: Über Dijod-acetylen

Notiz zu einer Arbeit von V. Franzen¹⁾

[Aus dem wissenschaftlichen Laboratorium der Riedel-de Haën AG.,
Chemische Fabriken, Seelze-Hannover]
(Eingegangen am 7. Januar 1955)

Zum Austausch von Chlor oder Brom gegen Jod bei aliphatischen und aromatischen Verbindungen wird von V. Franzen Dijod-acetylen vorgeschlagen.¹⁾

Angeregt durch diese Arbeit haben wir nach entsprechenden Vorversuchen 2 kg dieser Verbindung in einem Ansatz hergestellt. Es hat sich dabei ein bedauerlicher Unfall durch explosionsartige Zersetzung des trockenen Produktes ereignet, bei welchem zwei Personen verletzt wurden.

¹⁸⁾ M. Pestemer, Angew. Chem. **63**, 122 [1951].

¹⁾ Chem. Ber. **87**, 1148 [1954].