

o-Diacetylbenzol aus 1,4-Dimethyl-naphthalin¹

Von

R. Riemschneider und S. Foerster²

Aus dem Institut für Biochemie der Freien Universität Berlin-Dahlem

(Eingegangen am 9. Februar 1962)

Abweichend von den bisher³ eingeschlagenen Wegen zur präparativen Gewinnung des o-Diacetylbenzols(I) erhielten wir I durch KMnO_4 -Oxydation von 1,4-Dimethyl-naphthalin(II). Das Ausgangsmaterial II ist durch Chlormethylierung des 1-Methyl-naphthalins und anschließende Reduktion leicht zugänglich. Als vorteilhafter erwies sich die Verwendung von CrO_3 an Stelle von KMnO_4 als Oxydationsmittel.

Die von *J. P. Wibaut* und Mitarbeitern⁴ im Rahmen anderer Arbeiten durchgeführte Ozonisierung von II lieferte unter mehreren Spaltprodukten Spuren von I.

Arbeitsweise* für CrO_3 : Zu 4 g II in 100 ml 90proz. Essigsäure wurde innerhalb von 6 Stdn. bei 50—52° eine Lösung von 8,4 g CrO_3 in 30 ml 80proz. Essigsäure unter Rühren zugetropft. Nach weiterem 8stdg. Rühren und Erwärmen wurden zur Reduktion von überschüssigem CrO_3 2 ml Methanol zugesetzt. Nach üblicher Aufarbeitung gingen zwischen 142 und 152°/14 mm 1,3 g gelbes Öl über; Sdp.₁₄ 148—150° nach Redestillation. Daraus erhielten wir 1,1 g farblose Kristalle vom Schmp. 39° C (aus Petroläther).

* Dieser Absatz ging am 5. April 1962 ein.

¹ 20. Mitt. der Reihe „Acylderivate cyclischer Verbindungen“; 19. Mitt., Mh. Chem. **92**, 1191 (1961).

² Anschrift für den Schriftverkehr: Prof. Dr. *R. Riemschneider*, Berlin-Charlottenburg 9, Bolivarallee 8.

³ Vgl. zusammenfassend: *R. Riemschneider* und *H. G. Kassahn*, 9. Mitt., Mh. Chem. **90**, 579 (1959); *R. Riemschneider* und *L. Hörner*, 16. Mitt., Mh. Chem. **91**, 1034 (1960).

⁴ *L. W. F. Kampschmidt* und *J. P. Wibaut*, Rec. Trav. Chim. Pays-Bas **73**, 431 (1954).

Für KMnO_4 : In drei Ansätzen wurden zu je 6 g II in 120 ml 50proz. Essigsäure unter Rühren innerhalb von 4 Stdn. bei einer Reaktionstemperatur von -5 bis -8° 28 g gepulvertes KMnO_4 eingetragen. Die gemeinsame Aufarbeitung erfolgte durch Zerstören des MnO_2 mittels H_2O_2 , Extraktion mit Äther, Neutralisation der ätherischen Lösung und Destillation des nach Verdampfen des Äthers erhaltenen Rückstandes: 2,8 g hellgelbes Öl vom Sdp.₁₄ $146-152^\circ\text{C}$, aus dem sich durch Aufnehmen in Petroläther, Einengen und Animpfen 1,2 g I erhalten ließen. Misch-Schmp. mit einem auf anderem Wege⁵ gewonnenen I-Präparat: 39° . Wir setzen unsere Versuche mit den genannten und anderen Oxydationsmitteln im Sinne einer höheren Ausbeute an I fort.

⁵ R. Riemschneider, Gazz. chim. Ital. **77**, 607 (1947).