

M. Jančevska, L. Fukarova und J. Jančulev.

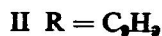
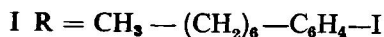
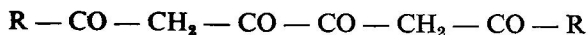
**ÜBER EINE SYNTHESE VON 1,6-DI-(n-HEPTYL-p-PHENYL) 1, 3, 4, 6
-HEXANTETRON UND 1, 6-DI-(β-HYDRINDENYL)-1,4,3,6-HEXANTETRON**

*Chemisches Institut, Naturwissenschaftliche-Mathematische Fakultät der Universität
Skopje. — Skopje — Mazedonien, Jugoslawien.*

In Anlehnung an unsere frühere Mitteilungen 1, 2, 3, 4, 5 wurden die Synthesen von 1,6-di-(n-heptyl-p-phenyl)-1, 3, 4, 6-hexantetron und 1,6-di-(β-hydrindenyl)-1, 3, 4, 6-hexantetron nach Claisen und Brömme durchgeführt.

Die Kondensation von zwei Mol n-heptyl-p-acetylphenilen mit einem Mol Oxalester ist mit Natriumäthylat als Kondensationsmittel durchgeführt worden. Das Tetraketon wurde durch sein Chinoxalinderivat identifiziert.

Die Kondensation von zwei Mol β-acetyl-hydrinden mit einem Mol Oxalester ist ebenfalls mit Natriumäthylat als Kondensationsmittel durchgeführt worden. Das Tetraketon wurde durch sein Chinoxalinderivat identifiziert.



**BESCHREIBUNG DER VERSUCHE
DARSTELLUNG VON 1,6-DI-(n-HEPTYL-p-PHENYL)-1, 3, 4, 6
HEXANTETRON**

In einem Rundkolben von 250 ml Inhalt mit Rückflusskühler mit Calciumchlorid werden in 40 ml absoluten Aether 1, 15 g (0,05 Mol) Natrium in dünnen Scheiben eingetragen und dann noch so viel Aether zugesetzt, dass das Natrium mit Aether bedeckt wird. Nun wird durch den Kühler tropfenweise 2,3 g (0,05 Mol)

absoluten Aether (10) zugegeben. Das Gemisch lässt man 12 Stunden lang bei Zimmertemperatur stehen. Danach wird im Kolben 10,9g (0,05 Mol) n-Heptyl-p-acetylbenzol (8) zugesetzt und unter Schütteln 3,65 g (0,025 Mol) frisch destilliertes Diäthyloxalat zugegeben. Das Reaktionsgemisch unter zeitliches Schütteln lässt man 3 Tage lang bei Zimmertemperatur stehen.

Das Kondensationsgemisch bekam dunkelbraune Färbung. Das gebildete Natriumsalz vom Kondensationsprodukt wird mit konc. HCl und Eis behandelt. Das roxe gelbgefärbte Tetraketon zeigt ein Schmp. von 129°C. Nach Umkristallisieren aus abs. Aethanol mit Zugabe von etwas Benzol erhält man das reine gelbgefärbte Tetraketon, dass ein Schmp. von 132°C zeigt. Ausbeute 22g c. a. 45% der Theorie.

Anal. $C_{32}H_{42}O_4$ (490,65)

Berc. C 78,40% H 8,63%

Gef. C 78,20% H 8,43%

Das Chinoxalinderivat ist durch vierstündiges Erwärmen äquimolekularen Mengen von 1,6-Di-(n-Heptyl-p-phenyl)-1, 3, 4, 6-hexantetron und o-Phenylendiamin in absoluten Alkohol dargestellt worden. Nach wiederholten Umkristallisieren aus abs. Aethanol erhält man schöne rote Schuppen von Schmp. 82°C

Anal. $C_{38}H_{46}O_2N_2$ (562,76)

Ber. C 81,10% H 8,24% N 4,98%

Gef. C 80,75% H 8,01% N 4,84%

DARSTELLUNG VON 1,6-DI-(β -HYDRINDENYL)-1,3, 4, 6- HEXANTETRON

Das Tetraketon wurde in derselbenweise wie oben dargestellt. Die Farbe des Reaktionsgemisches ändert sich von rot ins braune. Das gebildete Natriumsalz vom Kondensationsprodukt wird ebenfals mit HCl und Eis behandelt. Das feste Tetraketon hat eine schöne gelbe Farbe. Es wird mit Wasser gewaschen und getrocknet. Nach wiederholten Umkristallisieren aus abs. Aethanol erhält man ein Schmp. von 197—9°C. Ausbeute 33 g, 70% der Theorie.

Anal. $C_{24}H_{22}O_4$ (374,52)

Ber. C 76,98% H 5,92%

Gef. C 76,71% H 5,77%

Das Chinoxalinderivat ist durch vierstündiges Erwärmen äquimolekularen Mengen von 1,6-DI-(β -Hydrindenyl)-1, 3, 4, 6-Hexantetron und o-Phenylendiamin

in absoluten Alkohol dargestellt worden. Nach wiederholten Umkristallisieren aus abs. Aethanol erhält man schöne rote Schuppen von Schmp. 214, 5°C.

Anal. $C_{30}H_{26}O_2N_2$ (446,52)

Ber. C 80,69% H 5,87% N 6,27%

Gef. C 80,64% H 5,64% N 6,26%

L I T E R A T U R A

1. E. Brömmer und L. Claisen, Ber. 21 (1888) 1134.
2. K. Balenović, Experientia 2 (1946) 406.
3. J. Jančulev, Croat. Chem. Acta 31 (1959) 127.
4. Jančulev und Podolešov, Jahr. Ber. der Naturwissenschaft, Math. Fak. Skopje, Tom, 11 (1958) 47.
5. Jančulev und Jančevska, Extrait du Bulletin scientifique 6.№ 1, 1961—1.
6. Am. Chem. Soc. monograph. (1941) 294.
7. L. Claisen und C. Beyer, Ber. (1887) 2078.
8. J. Am. Chm. Soc. vol 75 (1953) 3326.
9. Ber, Band I (1920) 1163.
10. H. Lund und I. Bjerrum, Ber, 64 (1931) 210.

Хемиски институт
Природно-математички факултет
Скопје

М. Јанчевска, Л. Фукарова, и Ј. Јанчулев

ИЗВОД

Опишана е синтезата на I и II. под I на 1,6-Du-(α -хептил—фенил) — 1.3.4.6 хексантерон и под II синтезата на II. 1,6-Du-(β -хидринденил 1.3.4.6 хексантерон. Тетраетноните се идентифицирани преку нивните хиноксалин-син деривати.