

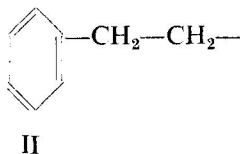
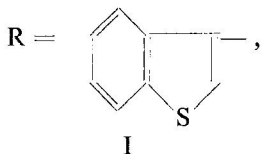
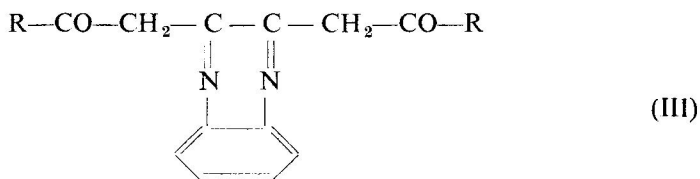
*L. Jovevska, M. Jančevska und J. Jančulev*

### UBER KONDENSATIONSPRODUKTE VON 3-ACETYLTIONAPHTEN UND BENZYLACETON MIT OXALESTER

In Anlehnung an unsere bisherigen Arbeiten<sup>(4-7)</sup> im Bereich der Polioxoverbindungen wurden nach der Claisen<sup>1</sup>-Kondensation folgende Tetraketone erhalten: 1,6-Di-/3-Thionaphtenyl/-1, 3, 4, 6-hexantetron (I) und 1,10-Di-(phenyl)-3, 5, 6, 8-dekantetron (II).

Die Kondensation wurde aus 3-Acetylthionaphten<sup>2</sup> und Benzylaceton mit Oxalester im Verhältnis von 2 : 1 Mol im Gegenwart von Natriumäthylat<sup>8</sup> als Kondensationsmittel ausgeführt.

Die Tetraketone wurden durch ihre Chinoxalinderivate (III) identifiziert.



#### BESCHREIBUNG DER VERSUCHE.

1,6-DI-(3-THIONAPHTENYL)-1, 3, 4, 6-HEXANTRTRON (I)

In einem 250 m Rundkolben versehen mit Rückflusskuhler und Calciumchloridrohr, wurde Natriumäthylat in 40 ml absoluten Ather aus 0,92 gr. (0,04 mol) Natrium und 1,84 gr. (0,04 mol) absoluten Athanol dar-

gestellt. Zu dem entstandenen Natriumäthylat wurde nun 7,049 g (0,04 mol) 3-Acethylthionapthen und 2,92 g (0,02 mol) frisch destilierten Diäthylloxalat zugegeben.

Das Reaktionsgemisch wurde 3 Tage bei Zimmertemperatur stehen gelassen und von Zeit zu Zeit geschüttelt. Die Farbe des Gemisches wechselte von rosa bis rot.

Die erhaltene Natriumverbindung wurde mit einem Gemisch von HCl und Eis (1 : 1) behandelt. Das ausgeschiedene rohe Tetraketon wurde abgesaugt, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Ausbeute 3 gr. (54%). Nach mehrmaliger Umkristallisierung aus Dimethylformamid erhält man rein gelbe Kristalle mit Schmp. 212°C.

Anal:  $C_{22}H_{14}O_4S_2$  (406,464)

Ber. C 65,00 H 3,48....  
Gef. C 65,42 H 3,15

Das Chinoxalinderivat ist durch vierstündiges Erwärmen von äquimolekularen Mengen von Tetraketon und o-Phenylendiamin in absoluten Äthanol dargestellt worden. Nach wiederholten Umkristallisieren aus Dimethylformamid erhält man rote Schuppen mit Schmp. 232°C.

Anal:  $C_{28}H_{18}N_2O_2S_2$  (478,572)

Ber. C 70,25 H 3,80 N 5,86  
Gef. C 70,49 H 4,10 N 5,99

#### 1,10 — DI (PHENYL) — 3, 5, 6, 8 — DEKANTETRON (II).

Auf ähnliche Weise wie oben, wurde das Tetraketon (II) dargestellt. Das gebildete Natriumsalz von Kondensationsprodukt wird wie oben mit einem Gemisch von HCl und Eis (1 : 1) behandelt. Der Niederschlag wird abfiltriert, gewaschen und getrocknet. Nach dem Umkristallisieren aus 70% Essigsäure erhält man hellgelbe Nadelchen mit Schmp. 70°C. Ausbeute 2,3 gr.

Anal.  $C_{22}H_{22}O_4$  (350,40)

Ber. C 75,41 H 6,33  
Gef. C 75,68 H 6,61

Das Chinoxalinderivat ist durch vierstündiges Erwärmen von äquimolekularen Mengen 1,10 — Di — (phenyl) — 3, 5, 6, 8 — dekantetron und o-Phenylendiamin in absoluten Äthanol hergestellt worden. Man erhält hellrote Kristalle, welche nach wiederholten Umkristallisieren aus 70% Essigsäure einen Schmp. von 171°C zeigen.

Anal.  $C_{28}H_{26}O_2N_2$  (422,50)

Ber. C 79,59 H 6,20 N 6,63  
Gef. C 79,61 H 6,41 N 6,98

## LITERATURA

1. Boyer C. und Claisen L., Ber. (1887) 2078.
2. Kompf G., J. pr. (2) 122, 329 (1929).
3. Harries E. Ber. 29, 387 (1896).
4. Јанчулев Ј. и Јанчевска М., Extrait. du Bull. Scientifique Tome 6№ 1 (1961) 1.
5. Јанчевска М., Фукарова Л. и Јанчелев Ј., Год. зборник на ПРФ Скопје 19 (1969) 99.
6. Јанчевска М., Фукарова Л. и Јанчулев Ј., Год. зборник на ПМФ Скопје 21 (1971) 43.
7. Јанчевска М., Фукирова Л. и Јанчулев Ј., МАНУ прилози III 2 Скопје.
8. Lund H. und Bjerrum I., Ber 61 (1931) 210.

*Л. Јовевска, М. Јанчевска и Ј. Јанчулев*

### КОНДЕНЗАЦИОНИ ПРОДУКТИ НА 3-АЦЕТИЛТИОНАФТЕН И БЕНЗИЛАЦЕТОН СО ОКСАЛЕН ЕСТЕР

#### Резиме

При кондензација на 3-ацетилтионафтенот како и бензилацетонот со диетилксалат во присуство на натриев етилат како кондензационо средство се добиени 1,6-Di-(3-тионафенил)—1, 3, 4, 6-хексантетрон (I) и 1, 10-Di-(фенил)—3, 5, 6, 8-декантетрон (II).

Двата тетракетони се идентифицирани со нивните хиноксалински деривати (III).

Хемиски институт  
Природно-математички факултет — Скопје