

Universitäts- und Landesbibliothek Tirol

Studie in der Reihe der Vucinsynthese

Kalpasanowa, Donka

1927

Experimenteller Teil II

Pyromellitessigsäure

Pyromellitessigsäure

10 Teile - reine gut getrocknete Pyromellitessigsäure werden mit
verrieben und mit 50 Teilen Äthylalkohol versetzt. Nach 15
15 Minuten im Vakuum von einem Wasserbad abgedunstet. Das Rückstand
wird mit 100 Teilen Äthylalkohol versetzt und nach dem Filtrieren
mit dem Äthylalkohol abgedunstet. Das Rückstand wird mit
Pyromellitessigsäure versetzt 40 g Pyromellitessigsäure erhalten,
[aus 100 g Theorie.]

Experimenteller Teil II

Die aus 100 Teilen 40 g Pyromellitessigsäure und 10 g
Äthylalkohol erhaltene Substanz wird mit 10 g
Äthylalkohol versetzt und nach dem Filtrieren
mit dem Äthylalkohol abgedunstet. Das Rückstand wird
mit 100 Teilen Äthylalkohol versetzt und nach dem
Filtrieren mit dem Äthylalkohol abgedunstet.

5 g Pyromellitessigsäure werden in einem mit
Äthylalkohol versetzten Reagenzglas mit 10 g
Äthylalkohol versetzt und nach dem Filtrieren
mit dem Äthylalkohol abgedunstet. Das Rückstand
wird mit 100 Teilen Äthylalkohol versetzt und
nach dem Filtrieren mit dem Äthylalkohol
abgedunstet. Das Rückstand wird mit 100
Teilen Äthylalkohol versetzt und nach dem
Filtrieren mit dem Äthylalkohol abgedunstet.
Das Rückstand wird mit 100 Teilen Äthylalkohol
versetzt und nach dem Filtrieren mit dem
Äthylalkohol abgedunstet.

Darstellung

des Pyromellithsäureanhydrids aus Pyromellithsäure.

10 Teile reine gut getrocknete Pyromellithsäure werden fein verrieben und mit 20 Teilen frisch destilliertem Essigsäureanhydrid 15 Minuten am Rückfluss zum Sieden erhitzt. Man lässt die Lösung im Vakuum Exikator über Aetzkali erkalten und wäscht nach dem Filtrieren das Anhydrid wiederholt mit Essigsäureanhydrid. Aus 70 g Pyromellithsäure wurden 47 g Pyromellithsäureanhydrid erhalten. (ca 78% der Theorie.)

Kondensation von Pyromellithsäure- anhydrid mit Benzol

Von den erhaltenen 47 g Pyromellithsäureanhydrid wurden 40 g in 8 einzelnen Chargen à 5 g mit Benzol unter Anwendung von wasserfreiem $AlCl_3$ zu dem Dibenzoylbenzoldicarbonsäuregemisch kondensiert, wobei 38,2 g (ca 50% der Th.) trockene, rein weisse Substanz erhalten wurde.

5 g Pyromellithsäureanhydrid werden in einem mit Rückflusskühler (Chlorcalciumrohr darauf) verbundenen Kolben mit 90 g Benzol suspendiert, mit 10 g $AlCl_3$ versetzt und am Wasserbade erwärmt. Bei etwa 53° Aussentemperatur tritt Reaktion ein und das Benzol beginnt zu sieden. Das Erhitzen wurde 2 Stunden fortgesetzt. Das Reaktionsprodukt wurde mit Wasser unter Zusatz von Salzsäure zersetzt. Das abgesaugte Reaktionsprodukt wurde getrocknet. Zur weiteren Reinigung wurde das Rohprodukt in heisse, verdünnte Sodalösung aufgenommen. Ein rotbrauner Körper bleibt ungelöst. Es wird abfiltriert und aus dem Filtrat die freie Säure mit verd. Salzsäure gefällt.

Darstellung

des Dinaphtanthracen-di-chinons.

Die Kondensation des Dibenzoylbenzoldicarbonsäuregemisches zu Dinaphtanthracen di - chinon wurde durch Behandlung mit konz. Schwefelsäure (Dichte = 1.83) bei Wasserbadtemperatur durchgeführt.

5 g der Substanz wurden in 166 g konz. Schwefelsäure gelöst und in einem Kolben, bei aufgesetztem Chlorcalciumrohr etwa 5 Stunden auf 92-94° erhitzt. Die Lösung ist erst gelb, färbt sich aber bald dunkel braunrot. Nach dem Erkalten wurde in etwa das zehnfache Volum kalten Wassers gegossen, wobei sich ein grünlich gelber Niederschlag bildete. Es wurde filtriert, mit Wasser gut gewaschen, hierauf der Niederschlag mit Soda ausgekocht und filtriert. Der Niederschlag wurde zuerst mit Soda und dann mit Wasser gut gewaschen, wobei die beiden Waschflüssigkeiten extra gesammelt wurden. Das wässerige Filtrat enthält die Hauptmenge des halbkondensierten Produktes, der 2 Benzoylanthrachinoncarbonsäure 3 in Form von Natriumsalz. Die am Filter verbleibende gut gewaschene Substanz wurde getrocknet und ergab 14.3 g rohes, grün gefärbtes Dinaphtanthracen-di-chinon. Zur Reinigung wurde aus Nitrobenzol umkristallisiert, gut mit Alkohol und Aether gewaschen und getrocknet. 11.73 g trockene Substanz (ca 36 % der Theorie auf Benzoylbenzoldicarbonsäure berechnet.)

Isolierung

der 2 Benzoylanthrachinoncarbonsäure 3

Die 2-Benzoylanthrachinoncarbonsäure-3 geht bei der Behandlung des Kondensationsproduktes mit Na_2CO_3 als Natriumsalz in Lösung. Im Laufe der Zeit scheidet sich ein Teil des Natriumsalzes aus und bleibt neben dem Dinaphtanthracen-di-chinon auf dem Filter. Beim Auswaschen mit Wasser geht das Natriumsalz in Lösung und die freie Säure wird durch ansäuern mit verdünnter Salzsäure abgeschieden. Auf diese Weise wurden 9.7g 2-Benzoylanthrachinoncarbonsäure -3 erhalten, Ein Teil von der Säure be-

findet sich in dem Sodafiltrat als gelöstes Natriumsalz. Durch versetzen mit verdünnter Salzsäure lässt sich weniger reine rötlich gefarbte 2-Benzoylanthrachinoncarbonsäure 3 isolieren, die mit unveränderter Dibenzoylbenzoldicarbonsäure gemischt ist.

Bibliothek
Inst. f. Allgem., Anorgan.
u. Theoret. Chemie
Universität Innsbruck