

563. Wassily Salonina: Ueber die Einwirkung von Natrium auf γ -Brompropylphenyläther.

[Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 9. December; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

Eine in der soeben erscheinenden Publication von Hrn. Robert Funk¹⁾ enthaltene Bemerkung über die Einwirkung von Natrium auf die ätherische Lösung von γ -Chlorpropylphenyläther veranlasst mich, aus meiner noch nicht abgeschlossenen Arbeit einige auf denselben Gegenstand sich beziehende Angaben zu veröffentlichen.

In dem Bestreben, von der Fettreihe ausgehend Hexamethylen (Hexahydrobenzol) C₆H₁₂ zu erhalten, versuchte ich ein Hexamethylen-glycolderivat durch Einwirkung von Natrium auf γ -Brompropylphenyläther, CH₂Br . CH₂ . CH₂OC₆H₅, herzustellen; letzterer wurde nach Hrn. Lohmann²⁾ gewonnen, und da er bei gewöhnlichem Drucke nicht ohne starke Zersetzung siedet, bei einem Drucke von 200 mm destillirt, wobei er zwischen 211—212⁰ ohne jegliche Zersetzung überging. Die Analyse nach Carius ergab:

Analyse: Ber. für C₉H₁₁OBr.

Procente: Br 37.2.

Gef. » » 36.92, 36.80.

Spec. Gewicht bei 16⁰ = 1.365.

Der so erhaltene Aether, mit der theoretischen Menge Natrium in absoluter Aether- resp. Benzollösung behandelt, ergab neben Bromnatrium und Natriumphenolat eine geringe Menge eines krystallinischen Körpers, der in Aether, Chloroform, Benzol und heissem Alkohol sich leicht löste, ziemlich schwer dagegen in kaltem Alkohol. Nach einigen wenigen Krystallisationen aus Alkohol wurde der Körper in feinen langen Nadeln, die bei 83⁰ schmolzen, erhalten, und änderte sich bei weiterem Umkrystallisiren sein Schmelzpunkt nicht mehr.

Analyse: Ber. für C₆H₁₂(OC₆H₅)₂.

Procente: C 80.0 H 8.15.

Ber. für C₉H₁₀N.

Procente: C 80.59, H 7.46.

Gef. » » 79.78, 79.82, 79.90, » 8.24, 8.28, 8.10.

Die Moleculargewichtsbestimmung in Benzollösung nach Raoult im Apparat von Beckmann (Moleculardepressionsconstante für Benzol³⁾ = 50):

| | |
|---|----------|
| Ber. für C ₁₈ H ₂₂ O ₂ | 270 |
| » » C ₉ H ₁₀ O | 134 |
| Gefunden | 252, 257 |

Das Ergebniss der Analyse sowie der Moleculargewichtsbestimmung führt somit zu der Formel des Hexamethylenglycoldiphenyläthers, C₆H₁₂(OC₆H₅)₂.



¹⁾ Diese Berichte 26, 2570.

²⁾ Diese Berichte 24, 2632.

Hingegen spricht Hr. Robert Funk den aus γ -Chlorpropylphenyläther mit dem Schmelzpunkt 78° erhaltenen, offenbar identischen Körper als Trimethylenphenyläther, $C_3H_5OC_6H_5$, an, was fernerhin durch die Art der Einwirkung von starker Brom- und Jodwasserstoffsäure widerlegt wird. Die Behandlung des Körpers mit starker Bromwasserstoffsäure bei $150 - 160^{\circ}$ in zugeschmolzenen Röhren führt nämlich zu einem Bromderivat, Hexamethylenbromid, $C_6H_{12}Br_2$, welches ungefähr bei $240 - 247^{\circ}$ ohne merkliche Zersetzung siedet. Analyse nach Carius ergab:

Analyse: Ber. für $C_6H_{12}Br_2$.

Procente: Br 65.57.

Gef. » » 65.12, 65.25.

Noch leichter (bei $105 - 110^{\circ}$ in zugeschmolzenen Röhren) geht in demselben Sinne die Einwirkung von Jodwasserstoffsäure von statten und liefert als Endproduct $C_6H_{12}J_2$ — eine fast farblose, nicht ohne Zersetzung siedende Flüssigkeit, die aber mit Wasserdämpfen leicht übergeht und bei ungefähr $+ 2 - 3^{\circ}$ erstarrt; der Schmelzpunkt der erhaltenen Krystalle liegt etwa bei $+ 6 - 7^{\circ}$. Analyse nach Carius ergab:

Analyse: Ber. für $C_6H_{12}J_2$.

Procente: J 75.14.

Gef. » » 74.68, 74.86.

Die Moleculargewichtsbestimmung in Benzollösung.

Ber. für $C_6H_{12}J_2$ 338

Gefunden 326, 316, 312.

Indem ich die vorliegenden Resultate meiner Arbeit veröffentliche, behalte ich mir das Recht vor, diese Frage einem näheren Studium zu unterwerfen.

Technische Hochschule zu Moskau. 3. December 1893.

564. G. Grassi-Cristaldi: Ueber Santonon.

(Eingegangen am 9. December; mitgeth. in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

Im letzten Heft dieser Berichte (S. 2506) veröffentlicht J. Klein in Kürze die von ihm ebenfalls durch die trockene Destillation des Santonons erhaltenen Resultate.

Ich glaube nicht, dass es der Mühe lohnt, sich jetzt mit den Resultaten zu beschäftigen, welche er erlangt zu haben glaubt, aber ich kann mein Erstaunen über seine Beharrlichkeit nicht verleugnen, die Formel $(C_{15}H_{18}O_2)_2$ an Stelle jener durch mich zuerst bewiesenen und erhaltenen $(C_{15}H_{17}O_2)_2$ dem Santonon beimessen zu wollen.