

ausgefallene Product trocknet man auf Thon und reinigt es durch Krystallisation aus wenigem Ligroin.

0.1777 g Sbst.: 0.1437 g AgCl.

$C_6H_7O_2N_2Cl$. Ber. Cl 20.35. Gef. Cl 19.99.

Der Monochlorkörper bildet dicke Nadeln oder Tafeln vom Schmp. 73° und ist destillirbar. Ob das Halogen bei 2, 4 oder 6 haftet, ist nicht bekannt.

c) 2.4.6-Trimethoxyypyrimidin, $C_4H_4N_2(OCH_3)_3$.

1.5 g Natrium in 50 ccm Methylalkohol und 3 g Trichlorpyrimidin in 10 ccm Methylalkohol werden im Einschlussrohr eine Stunde auf 100° erhitzt. Der Rohrinhalt giebt, mit Wasser versetzt und abgekühlt, Krystalle, die bei 232° destilliren und darnach zu dicken Nadeln vom Schmp. 53° erstarren.

0.1572 g Sbst.: 0.2831 g CO_2 , 0.0802 g H_2O .

$C_7H_{10}O_3N_2$. Ber. C 49.41, H 5.88.

Gef. » 49.13, » 5.71.

Die salzsaure Lösung der Base liefert nicht mit Platin- oder Quecksilber-Chlorid, wohl aber mit Goldchlorid eine schwer lösliche Fällung (in citronengelben Nadeln) und ein mässig lösliches Chromat in gelben, sechseckigen Tafeln.

387. Franz Kunckell: Einige Homologe des Propenyl- und Butenyl-Benzols.

[Mittheilung aus dem chem. Laboratorium der Universität Rostock.]

(Eingegangen am 24. Juni 1903.)

Vor kurzer Zeit berichtete ich an dieser Stelle¹⁾ über das Propenyl- und Butenyl-Benzol und eine neue Darstellungsweise dieser Kohlenwasserstoffe. Im Verein mit Hrn. cand. chem. Dettmar und Wlokka habe ich die Untersuchung fortgesetzt und habe nach dem, an oben genannter Stelle, angegebenen Verfahren leicht und in guter Ausbeute homologe Derivate erhalten.

Das *p*-Propenyltoluol, $(CH_3.C_6H_4.CH:CH.CH_3)$, entstand aus dem α -Chlor- β -brom-propenyl-Toluol, $(CH_3.C_6H_4.CCl:CBr.CH_3)$, durch Behandeln mit metallischem Natrium in ätherischer [Lösung bei Anwesenheit von wenig Alkohol. Das *p*-Propenyl-Toluol oder 1-Methyl-4-Propenylbenzol ist schon von Klages²⁾ auf andere Weise gewonnen.

¹⁾ Diese Berichte 36, 771, 774 [1903].

²⁾ Diese Berichte 35, 2254 [1902].

Klages erhielt anfangs einen zwischen 200—210° siedenden Kohlenwasserstoff, dieser hohe Siedepunkt rührte aber, wie jener Chemiker später fand, von Polymerisationsproducten des Propenyltoluols her, während das reine Propenyltoluol bei 196° siedet. Das nach obiger Weise erhaltene Product siedet zwischen 195—197° und (bei 10 mm zwischen 83—85°. Spec. Gew.¹⁾ 0.9057 bei 13°.

Molekulargewichtsbestimmung: 0.0929 g Sbst., in 19.2 g Benzol gelöst, ergaben eine Gefrierpunktserniedrigung von 0.189°.

$C_{10}H_{12}$. Ber. 132. Gef. 126.

Das 1.3-Dimethyl-4-Propenyl-Benzol, $[(CH_3)_2C_6H_3.CH:CH.CH_3]$, konnte leicht aus dem 4- α -Chlor- β -brom-propenyl-1.3-Dimethyl-Benzol auf angeführte Weise erhalten werden. Es siedet bei 206—208° (bei 10 mm zwischen 85—88°) und hat das spec. Gew. 0.903 bei 13°.

0.1127 g Sbst.: 0.3740 g CO_2 , 0.0981 g H_2O .

$C_{11}H_{14}$. Ber. C 90.4, H 9.6.

Gef. » 90.5, » 9.7.

Das Dibromid dieses ungesättigten Kohlenwasserstoffes siedet bei 9 mm zwischen 151—153° als wasserhelle, schwere Flüssigkeit.

Aus dem 4- α -Chlor- β -brom-propenyl-1.2-Dimethyl-Benzol,

$[(4)CH_3.CBr:CCl.C_6H_3(CH_3)_2(1.2)]$,

wurde das 1.2-Dimethyl-4-Propenyl-Benzol dargestellt. Dieses siedet bei 224—226° (bei 16 mm zwischen 165—168°) und hat das spec. Gew. 0.9151 bei 18°.

0.0768 g Sbst.: 0.2542 g CO_2 , 0.0676 g H_2O .

$C_{11}H_{14}$. Ber. C 90.4, H 9.6.

Gef. » 90.3, » 9.8.

1. Aethyl-4-Propenyl-Benzol, $(C_2H_5.C_6H_4.CH:CH.CH_3)$ siedet bei 216—218° (bei 17 mm zwischen 105—107), sieht wasserhell aus und hat ein spec. Gewicht von 0.9072 bei 18°.

0.1032 g Sbst.: 0.3418 g CO_2 , 0.0896 g H_2O .

$C_{11}H_{14}$. Ber. C 90.4, H 9.6.

Gef. » 90.3, » 9.6.

Zur Darstellung dieser Verbindung führte ich mit Brompropionylbromid und Aluminiumchlorid Aethylbenzol in *p*-Aethyl- α -Brompropionphenon, $(C_2H_5.C_6H_4.CO.CHBr.CH_3)$, und dieses mit Phosphorpentachlorid in das 1-Aethyl-4- α -Chlor- β -brom-propenyl-Benzol über. Letztere Substanz wurde mit metallischem Natrium und Aether nach bekannter Methode behandelt.

¹⁾ ibid. 0.893 bei 21°.

1. Isopropyl-4-Propenyl-Benzol¹⁾ oder *p*-Propenyl-Cymol, $[(\text{CH}_3)_2\text{CH}\cdot\text{C}_6\text{H}_4\cdot\text{CH}:\text{CH}\cdot\text{CH}_3]$, ist eine wenig blassgelb gefärbte Flüssigkeit und siedet bei 225—235° (bei 28 mm zwischen 141—145° und (bei 19 mm 121—125°). Spec. Gew. 0.9308 bei 22°.

0.0920 g Sbst.: 0.3025 g CO₂, 0.0868 g H₂O.

C₁₂H₁₆. Ber. C 90.0, H 10.0.

Gef. » 89.7, » 10.5.

Das 1-Methyl-4-Isopropyl-3-Propenyl-Benzol,

$[\text{CH}_3]^1[(\text{CH}_3)_2\text{CH}]^4\text{C}_6\text{H}_3\cdot\text{CH}:\text{CH}\cdot\text{CH}_3$,

aus Cymol nach obiger Reaction gewonnen, siedet bei 226—228° (bei 32 mm zwischen 128—131°). Spec. Gew. 0.8899 bei 18°.

0.1208 g Sbst.: 0.3940 g CO₂, 0.1104 g H₂O.

C₁₃H₁₈. Ber. C 89.65, H 10.35.

Gef. » 89.0, » 10.2.

1-Methyl-4-(1¹)-Butenyl-Benzol, $(\text{CH}_3\cdot\text{C}_6\text{H}_4\cdot\text{CH}:\text{CH}\cdot\text{C}_2\text{H}_5)$, siedet als wasserhelle Flüssigkeit bei 210—212°. Spec. Gew. 0.8893 bei 20°.

0.1276 g Sbst.: 0.4204 g CO₂, 0.1090 g H₂O.

C₁₁H₁₄. Ber. C 90.4, H 9.6.

Gef. » 90.0, » 9.5.

Das 1,3-Dimethyl-4(1¹)-Butenyl-Benzol, $[(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{CH}:\text{CH}\cdot\text{C}_2\text{H}_5]$, siedet zwischen 226—228° (bei 16 mm zwischen 109—111°) ebenfalls farblos. Spec. Gew. 0.8967 bei 18°.

0.0934 g Sbst.: 0.3065 g CO₂, 0.0882 g H₂O.

C₁₂H₁₆. Ber. C 90.0, H 10.0.

Gef. » 89.5, » 10.4.

Ueber die beschriebenen Verbindungen, deren Darstellungsweise und Derivate werde ich bald eingehend berichten. Die Untersuchung wird fortgesetzt.

Rostock, den 23. Juni 1903.

¹⁾ Diese Verbindung zeigt, wahrscheinlich der beigemengten Polymerisationsproducte wegen, keinen einheitlichen Siedepunkt.