

1,3,4,5,6-Pentachlorcyclohexen-(1) vom Schmp. 36,5–36,8° C

Von G. FRICKE¹⁾

Inhaltsübersicht

Das bisher nur als viskose Flüssigkeit bekannte Pentachlorcyclohexen vom Sdp.₆₋₇ 125° wurde kristallisiert erhalten. Der Schmp. beträgt 36,5–36,8° C.

In einem früheren Beitrag dieser Zeitschrift²⁾ wurde berichtet, daß bei der Monodehydrochlorierung von α -Hexachlorcyclohexan (HCC) mit schwachen organischen Basen ein flüssiges 1,3,4,5,6-Pentachlorcyclohexen-(1) erhalten wird, das mit dem unter anderen Bedingungen darstellbaren, ebenfalls flüssigen 1,3,4,5,6-Pentachlorcyclohexen-(1) aus dem γ -Isomeren des HCC identisch ist. Beide Substanzen zeigten selbst bei jahrelanger Aufbewahrung um 0° C keine Kristallbildung und auch in der ausländischen Literatur wird das aus γ -HCC darstellbare Pentachlorcyclohexen nur als viskose Flüssigkeit beschrieben³⁻⁵⁾.

Es gelang nunmehr, einen weiteren Identitätsbeweis dadurch zu erbringen, daß beide Substanzen kristallin und vom gleichen Schmp. 36,5–36,8° C erhalten werden konnten. Das kristalline Produkt läßt sich aus etwa 50proz. alkoholischen Lösungen bei Temperaturen um 0° C umkristallisieren, wobei gealterte Substanz offenbar infolge der Ausbildung von Molekelaggregaten schon nach wenigen Stunden kristallisiert, während frisch destillierte Substanz hierzu 1–2 Wochen benötigt.

Es ist weiterhin zu berichten, daß beide Pentachlorcyclohexene insektizide Wirkung gegen *musca domestica* zeigen.

Beschreibung der Versuche

Kristallisation von 1,3,4,5,6-Pentachlorcyclohexen-(1)

Etwa 100 g durch Dehydrochlorierung von α -HCC mit Pyridin-Xylolmischung dargestelltes Pentachlorcyclohexen vom Sdp.₆₋₇ 125° C

¹⁾ Auszug aus Diss. G. FRICKE, Leipzig 1955.

²⁾ W. TREIBS u. G. FRICKE, J. prakt. Chem. 4. Reihe **2**, 274 (1955).

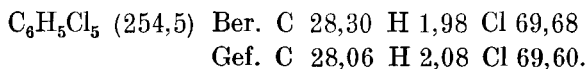
³⁾ M. NAKAZIMA, T. OKUBO, Y. KATSUMURA, Botyu-Kagaku **14**, 10 (1949).

⁴⁾ E. D. HUGHES, C. K. INGOLD, R. PASTERNAK, J. chem. Soc. (London) **1953**, 3839.

⁵⁾ H. D. ORLOFF, A. J. KOLKA, J. Amer. chem. Soc. **76**, 5484 (1954).

wurden in einer Flasche über Nacht in Kohlensäureschnee gestellt. Der Flascheninhalt erstarrte zu einer glasklaren, jedoch nicht kristallinen Masse, die auch beim langsamen Wiedererwärmen keine Kristallbildung zeigte. Die Flasche wurde beiseitegestellt und längere Zeit nicht beachtet. Nach etwa 4 Monaten war der Inhalt derselben vollständig kristallisiert. Die Kristalle hatten einen Schmp. von 36–38° C.

Zur weiteren Reinigung wurden 30 g des kristallinen Produktes in 30 g i-Propanol gelöst, mit einem Körnchen der festen Substanz geimpft und über Nacht bei 0–3° C der Kristallisation überlassen. Nach zweimaliger Wiederholung der Umkristallisation schmolz die Substanz zwischen 36,5–36,8° C. Das aus γ -HCC gewonnene Pentachloreyclohexen wurde auf die gleiche Weise, d. h. durch Impfen einer 50proz. Lösung in i-Propanol mit der zuerst genannten festen Substanz zur Kristallisation gebracht: Schmp. 36,5–36,8° C.



Karl-Marx-Stadt, Laboratorium für Schädlingsbekämpfung des VEB Fettchemie und Fewa-Werk.

Bei der Redaktion eingegangen am 3. April 1956.