

Beställare

Urban Avierfjärd
Allègatan 108
021 51 VisbyTill Tekniska Högskolans Bibliotek
Låneexpeditionen
100 44 STOCKHOLM

Beställs reproduktion av följande:

Beilsteins Handbuch der Organischen Chemie
Ergänzungswerk III, 9, 2472-5

REPROBESTÄLLNING

Datum
93-06-07
Telefonnr Reprkonto
0497/218312

R484

Lokalsignum

041717 -

Källa (om sökt arbete inte kan beläggas, markera med \circ framför anlitade källor)
 Remitteras ej
 Elstatkopia
 Förstoringskopia A 4
 Förstoringskopia A 5/A 3

Långgivande biblioteks tjänsteanteckningar

 Finns ej
 Finns ännu ej
 F n ej tillgängligt
 Utlånat
 Kan kopieras
Här angiven litteratur finns ej i KTHB
Anhålls att $n_{D^{20}}$ C₁₀

, Lévy, Tch.).

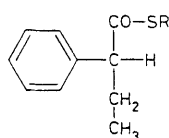
övertar fotobeställningen

: 104–105° (Tch., Le.-Du.)
5–76° (Tch., Le.-Du.). Bind Reserveras för Er Kan beställas den

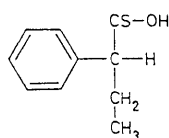
J. org. Chem. 22 [1957] 33

phenyl-propionsäure,
(R = H) (H 542; E II 357;
bezeichnet).

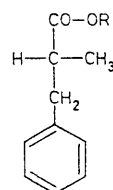
Gewinnung aus dem Racemat (s. u.) mit Hilfe von (R)-1-Phenyl-äthylamin: Schrecker, J. org. Chem. 22 [1957] 33. — Ein partiell racemisches Präparat ist beim Behandeln von partiell racemischem (R)-2-Methyl-3-phenyl-propionitril mit wss.-äthanol. Natronlauge erhalten worden (Kenyon, Phillips, Pittman, Soc. 1935 1072, 1083).

Kp_{0,2}: 111°; D₄²⁵: 1,065; n_D²⁰: 1,5145; [α]_D²⁰: -24,6° [unverd.] (Sch.).(R)-1-Phenyl-äthylamin-Salz. Krystalle; F: 127,3–129,5°; [α]_D²⁰: +1,36° [CHCl₃; c = 2] (Sch.).

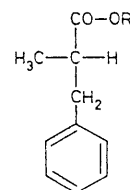
XI



XII



XIII



XIV

b) (S)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure, L-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure, (S)-2-methyl-3-phenylpropionic acid C₁₀H₁₂O₂, Formel XIV (R = H) (H 542; E II 357; dort als „rechtsdrehende Methyl-benzyl-essigsäure“ bezeichnet).

Gewinnung aus dem Racemat (s. u.) mit Hilfe von (S)-1-Phenyl-äthylamin: Schrecker, J. org. Chem. 22 [1957] 33.

Kp₁: 150° (Levene, Marker, J. biol. Chem. 110 [1935] 299, 302); Kp_{0,25}: 112° (Sch.). D₄²⁴: 1,062 (Kenyon, Phillips, Pittman, Soc. 1935 1072, 1083). n_D²⁴: 1,5008 (Ke., Ph., Pi.). [α]_D²⁰: +23,5° [unverd.] (Sch.). [α]_D²⁴: +20,4° [unverd.]; [α]_D²⁵: +19,1° [unverd.] (Le., Ma.); [α]_D²¹: +17,9° [A.; c = 5]; [α]_D²⁴: +24,8° [unverd.]; [α]_D²⁴: +45,4° [unverd.]; [α]_D²¹: +44,5° [A.; c = 5] (Ke., Ph., Pi.). Rotationsdispersion (Heptan; 405–587 mμ): Rothen, Levene, J. chem. Physics 7 [1939] 975, 977.

Natrium-Salz. [α]_D²³: +40,7° [W.; c = 5,8]; [α]_D²³: +90,0° [W.; c = 5,8] (Ke., Ph., Pi.).(S)-1-Phenyl-äthylamin-Salz C₈H₁₁N·C₁₀H₁₂O₂. Krystalle (aus E.); F: 127° bis 129,5°; [α]_D²⁰: -1,48° [CHCl₃; c = 2] (Sch.).

c) (±)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure, (±)-2-methyl-3-phenylpropionic acid C₁₀H₁₂O₂, Formel XIII + XIV (R = H) (H 542; E II 357; dort als „inaktive Methyl-benzyl-essigsäure“ bezeichnet).

B. Aus (±)-2-Methyl-3-phenyl-propionaldehyd beim Leiten von Sauerstoff durch eine mit Eisenisobutytrat versetzte Lösung in Isobuttersäure bei 30° (Shell Devel. Co., U.S.P. 2010358, 1933). Aus 2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure durch Hydrierung in Essigsäure an Platin (Woodruff, Conger, Am. Soc. 60 [1938] 465) sowie durch Behandlung einer wss. Lösung des Natrium-Salzes mit Natrium-Amalgam (Holden, Lapworth, Soc. 1931 2368, 2375; vgl. H 542). Durch Erwärmen von (±)-2-Methyl-2-benzyl-acetessigsäure-methyl-ester mit Natriummethylat in Methanol und Behandeln des Reaktionsprodukts mit wss. Natronlauge (Kay-Fries Chem. Inc., U.S.P. 2413493 [1941]).

F: 37° (Shell Devel. Co.), 36,5° (Ho., La.). Kp₁₂: 160° (Weizmann, Bergmann, Haskelberg, Chem. and Ind. 1937 587, 589).S-Benzyl-isothiuronium-Salz [C₈H₁₁N₂S]C₁₀H₁₁O₂. F: 144–144,5° [korr.] (McPhee, Klingsberg, Am. Soc. 66 [1944] 1132, 1136).

amin (Tchoubar, Letellier-Dupré, Bl. 1947 792, 794; s. a. Du., Lévy, Tch.).

Kp₈: 170–171° (Du., Lévy, Tch.; Tch., Le.-Du.).

Hydrochlorid. Hygroskopische Krystalle (aus E.); F: 104–105° (Tch., Le.-Du.).

Pikrat C₁₆H₂₅NOS·C₆H₃N₃O₇. Krystalle (aus Me.); F: 75–76° (Tch., Le.-Du.).

2-Methyl-3-phenyl-propionsäure C₁₀H₁₂O₂.

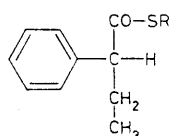
Über die Konfiguration der Enantiomeren s. Schrecker, J. org. Chem. 22 [1957] 33 Anm. 10; Watson, Youngson, Soc. 1968 258, 259.

a) (R)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure, D-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure, (R)-2-methyl-3-phenylpropionic acid C₁₀H₁₂O₂, Formel XIII (R = H) (H 542; E II 357; dort als „linksdrehende Methyl-benzyl-essigsäure“ bezeichnet).

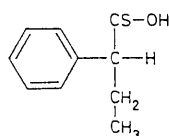
Gewinnung aus dem Racemat (s. u.) mit Hilfe von (R)-1-Phenyl-äthylamin: Schrecker, J. org. Chem. 22 [1957] 33. — Ein partiell racemisches Präparat ist beim Behandeln von partiell racemischem (R)-2-Methyl-3-phenyl-propionitril mit wss.-äthanol. Natronlauge erhalten worden (Kenyon, Phillips, Pittman, Soc. 1935 1072, 1083).

Kp_{0,2}: 111°; D₄²⁰: 1,065; n_D²⁰: 1,5145; [α]_D²⁰: -24,6° [unverd.] (Sch.).

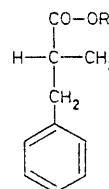
(R)-1-Phenyl-äthylamin-Salz. Krystalle; F: 127,3–129,5°; [α]_D²⁰: +1,36° [CHCl₃; c = 2] (Sch.).



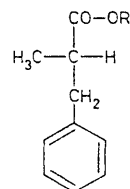
XI



XII



XIII



XIV

b) (S)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure, L-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure, (S)-2-methyl-3-phenylpropionic acid C₁₀H₁₂O₂, Formel XIV (R = H) (H 542; E II 357; dort als „rechtsdrehende Methyl-benzyl-essigsäure“ bezeichnet).

Gewinnung aus dem Racemat (s. u.) mit Hilfe von (S)-1-Phenyl-äthylamin: Schrecker, J. org. Chem. 22 [1957] 33.

Kp₁: 150° (Levene, Marker, J. biol. Chem. 110 [1935] 299, 302); Kp_{0,25}: 112° (Sch.). D₄²⁴: 1,062 (Kenyon, Phillips, Pittman, Soc. 1935 1072, 1083). n_D²⁴: 1,5008 (Ke., Ph., Pi.). [α]_D²⁰: +23,5° [unverd.] (Sch.). [α]_D²⁴: +20,4° [unverd.]; [α]_D²⁵: +19,1° [unverd.] (Le., Ma.); [α]_D²¹: +17,9° [A.; c = 5]; [α]_D²⁴: +24,8° [unverd.]; [α]_D²⁴: +45,4° [unverd.]; [α]_D²¹: +44,5° [A.; c = 5] (Ke., Ph., Pi.). Rotationsdispersion (Heptan; 405–587 mμ): Rothen, Levene, J. chem. Physics 7 [1939] 975, 977.

Natrium-Salz. [α]_D²³: +40,7° [W.; c = 5,8]; [α]_D²³: +90,0° [W.; c = 5,8] (Ke., Ph., Pi.).

(S)-1-Phenyl-äthylamin-Salz C₈H₁₁N·C₁₀H₁₂O₂. Krystalle (aus E.); F: 127° bis 129,5°; [α]_D²⁰: -1,48° [CHCl₃; c = 2] (Sch.).

c) (±)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure, (±)-2-methyl-3-phenylpropionic acid C₁₀H₁₂O₂, Formel XIII + XIV (R = H) (H 542; E II 357; dort als „inaktive Methyl-benzyl-essigsäure“ bezeichnet).

B. Aus (±)-2-Methyl-3-phenyl-propionaldehyd beim Leiten von Sauerstoff durch eine mit Eisenisobutytrat versetzte Lösung in Isobuttersäure bei 30° (Shell Devel. Co., U. S. P. 2010358 [1933]). Aus 2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure durch Hydrierung in Essigsäure an Platin (Woodruff, Conger, Am. Soc. 60 [1938] 465) sowie durch Behandlung einer wss. Lösung des Natrium-Salzes mit Natrium-Amalgam (Holden, Lapworth, Soc. 1931 2368, 2375; vgl. H 542). Durch Erwärmen von (±)-2-Methyl-2-benzyl-acetessigsäure-methylester mit Natriummethylat in Methanol und Behandeln des Reaktionsprodukts mit wss. Natronlauge (Kay-Fries Chem. Inc., U. S. P. 2413493 [1941]).

F: 37° (Shell Devel. Co.), 36,5° (Ho., La.). Kp₁₂: 160° (Weizmann, Bergmann, Haskelberg, Chem. and Ind. 1937 587, 589).

S-Benzyl-isothiuronium-Salz [C₈H₁₁N₂S]C₁₀H₁₁O₂. F: 144–144,5° [korr.] (McPhee, Klingsberg, Am. Soc. 66 [1944] 1132, 1136).

2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-methylester C₁₁H₁₄O₂.

a) (*R*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-methylester, *D*-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-methylester, (*R*)-2-methyl-3-phenylpropionic acid methyl ester C₁₁H₁₄O₂, Formel XIII (R = CH₃) (E II 357; dort als „linksdrehender Methyl-benzyl-essigsäure-methylester“ bezeichnet).

Partiell racemische Präparate (a) Kp: 236,5—237°; D₄²⁵: 1,013; n_D²⁵: 1,4942; [α]_D²⁵: -20,7° [unverd.]; b) Kp₁₆: 105°; [α]₅₄₆: -8,02° [unverd.]; [α]₅₄₆: -28,2° [A.; c = 0,2] sind beim Behandeln von partiell racemischer (*R*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure ([α]_D²⁵: -14,6° [unverd.]) mit Diazomethan in Äther (*Wiberg, Hutton*, Am. Soc. 78 [1956] 1640, 1644) bzw. beim Erwärmen von partiell racemischem (*R*)-2-Methyl-3-phenyl-propionitril ([α]₅₄₆: -25,1° [unverd.]) mit Methanol und Schwefelsäure (*Kenyon, Phillips, Pittman*, Soc. 1935 1072, 1083) erhalten worden.

Über die Geschwindigkeit der Racemisierung in methanol. Natriummethylat-Lösung bei 25° s. *Conant, Carlson*, Am. Soc. 54 [1932] 4048, 4052.

b) (*S*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-methylester, *L*-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-methylester, (*S*)-2-methyl-3-phenylpropionic acid methyl ester C₁₁H₁₄O₂, Formel XIV (R = CH₃) (E II 357; dort als „rechtsdrehender Methyl-benzyl-essigsäure-methylester“ bezeichnet).

B. Durch Eintragen von (*S*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-chlorid in ein Gemisch von Pyridin und Methanol (*Wiberg, Hutton*, Am. Soc. 78 [1956] 1640, 1644).

Kp: 237—237,5°. D₄²⁵: 1,013. n_D²⁵: 1,4943. [α]_D²⁵: +24,1° [unverd.].

2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-äthylester C₁₂H₁₆O₂.

a) (*R*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-äthylester, *D*-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-äthylester, (*R*)-2-methyl-3-phenylpropionic acid ethyl ester C₁₂H₁₆O₂, Formel XIII (R = C₂H₅).

Ein partiell racemisches Präparat (Kp₁: 95°; D₄²⁵: 0,990; [α]_D²⁵: -13,4° [unverd.]) ist beim Erwärmen von partiell racemischer (*R*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure ([M]_D²⁵: -17,3° [unverd.]) mit Äthanol und Schwefelsäure erhalten worden (*Levene, Marker*, J. biol. Chem. 110 [1935] 299, 302).

b) (*S*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-äthylester, *L*-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-äthylester, (*S*)-2-methyl-3-phenylpropionic acid ethyl ester C₁₂H₁₆O₂, Formel XIV (R = C₂H₅).

B. Durch Behandeln von (*S*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-chlorid mit Äthanol (*Kenyon, Phillips, Pittman*, Soc. 1935 1072, 1083).

Kp₁₅: 116°. D₄¹⁵: 0,866. n_D¹⁵: 1,4911. [α]_D¹⁵: +26,9° [unverd.]; [α]_D²¹: +29,2° [A.; c = 5]; [α]₄₃₆¹⁵: +58,2° [unverd.]; [α]₄₃₆²¹: +66,9° [A.; c = 5].

c) (±)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-äthylester, (±)-2-methyl-3-phenylpropionic acid ethyl ester C₁₂H₁₆O₂, Formel XIII + XIV (R = C₂H₅) (H 542; E I 212; dort als „Äthylester der inaktiven α-Phenyl-propan-β-carbonsäure“ bezeichnet).

B. Durch Erhitzen von 2-Methyl-acetessigsäure-äthylester mit Äthanol. Natrium-äthylat und Benzylchlorid und Erhitzen des erhaltenen (±)-2-Methyl-2-benzyl-acetessigsäure-äthylesters mit Äthanol. Natriumäthylat (*Bergmann, Weiss*, B. 64 [1931] 1485, 1492).

Kp₁₂: 117—118° (*Be., Weiss*).

Beim Behandeln mit Benzhydrynatrium in Äther sind 2-Methyl-1.4.4-triphenylbutanon-(3) und Diphenylmethan erhalten worden (*Bergmann*, Soc. 1936 412). Bildung von 2-Methyl-1.1.3-triphenylpropan-(1) bei der Umsetzung mit Phenylmagnesiumbromid: *Be., Weiss*, l. c. S. 1493.

(±)-2-[2-Methyl-3-phenyl-propionyloxy]-1-[biphenyl-(4)]-äthanon-(1), (±)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-[4-phenyl-phenacylester], (±)-2-methyl-3-phenylpropionic acid 4-phenylphenacyl ester C₂₁H₂₂O₃, Formel I.

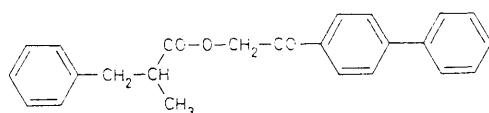
B. Aus (±)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure (*Weizmann, Bergmann, Haskelberg*, Chem. and Ind. 1937 587, 589; *Carter*, Am. Soc. 62 [1940] 2244).

Krystalle (aus Bzn. oder A.); F: 73° (*Wei., Be., Ha.*), 71—72° (*Ca.*).

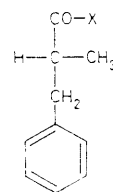
2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-chlorid, 2-Methyl-3-phenyl-propionylchlorid C₁₀H₁₁ClO.

a) (*R*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-chlorid, D-2-Methyl-3-phenyl-propionylchlorid, (*R*)-2-methyl-3-phenylpropionyl chloride C₁₀H₁₁ClO, Formel II (X = Cl).

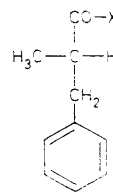
Ein partiell racemisches Präparat (Kp_{1,5}: 110°; α_D²⁰: -25,2° [unverd.; l = 2]) ist beim Behandeln von partiell racemischer (*R*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure ([α]_D²⁰: -11,2° [A.; c = 0,03]) mit Thionylchlorid erhalten worden (*DeTar, Weis*, Am. Soc. 79 [1957] 3045, 3048).



I



II



III

b) (*S*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-chlorid, L-2-Methyl-3-phenyl-propionylchlorid, (*S*)-2-methyl-3-phenylpropionyl chloride C₁₀H₁₁ClO, Formel III (X = Cl) (H 542; E II 357; dort als „rechtsdrehendes Methyl-benzyl-acetylchlorid“ bezeichnet).

Kp₁₆: 123° (*Kenyon, Phillips, Pittman*, Soc. 1935 1072, 1084); Kp₅: 120° (*Wallis, Nagel*, Am. Soc. 53 [1931] 2787, 2790); Kp_{1,7}: 89–90° (*Lane et al.*, J. org. Chem. 5 [1940] 276, 281). D₄²³: 1,100 (*Ke., Ph., Pi.*). n_D²¹: 1,5191 (*Ke., Ph., Pi.*). α_D²⁰: +12,6° [unverd.; l = 0,5] (*Wa., Na.*); α_D²⁰: +12,4° [unverd.; l = 0,5] (*Lane et al.*); [α]_D²³: +20,0° [unverd.]; [α]_D²³: +17,0° [Bzl.; c = 5]; [α]₄₃₆²³: +24,9° [unverd.]; [α]₄₃₆²³: +48,1° [unverd.]; [α]₄₃₆²³: +45,2° [Bzl.; c = 5] (*Ke., Ph., Pi.*).

Beim Behandeln mit Diazomethan in Äther entsteht (*S*)-4-Diazo-2-methyl-1-phenylbutanon-(3) (*Lane et al.*). Beim Erhitzen mit Phenylzinkchlorid in Toluol ist (*S*)-2-Methyl-1,3-diphenyl-propanon-(1) erhalten worden (*Conant, Carlson*, Am. Soc. 54 [1932] 4048, 4057).

c) (±)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-chlorid, (±)-2-methyl-3-phenylpropionyl chloride C₁₀H₁₁ClO, Formel II + III (X = Cl) (H 542; E I 212).

Kp₁₅: 118–120° (*Kay-Fries Chem. Inc.*, U. S. P. 2413493 [1941]).

2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-amid, 2-Methyl-3-phenyl-propionamid C₁₀H₁₃NO.

a) (*R*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-amid, D-2-Methyl-3-phenyl-propionamid, (*R*)-2-methyl-3-phenylpropionamide C₁₀H₁₃NO, Formel II (X = NH₂).

Ein partiell racemisches Präparat ([α]_D²⁰: -31,7° [Bzl.; c = 1,3]) ist beim Sättigen einer äther. Lösung von partiell racemischem (*R*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-chlorid mit Ammoniak erhalten worden (*Wallis, Nagel*, Am. Soc. 53 [1931] 2787, 2790).

b) (*S*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-amid, L-2-Methyl-3-phenyl-propionamid, (*S*)-2-methyl-3-phenylpropionamide C₁₀H₁₃NO, Formel III (X = NH₂).

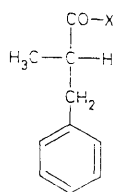
B. Aus (*S*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-chlorid durch Sättigen einer äther. Lösung mit Ammoniak (*Wallis, Nagel*, Am. Soc. 53 [1931] 2787, 2790) sowie mit Hilfe von Ammoniumcarbonat (*Kenyon, Phillips, Pittman*, Soc. 1935 1072, 1084).

Krystalle (aus Ae.) (*Wa., Na.*). F: 113–114° (*Ke., Ph., Pi.*), 105–106° (*Kenyon, Ross*, Soc. 1951 3407, 3411), 104,5° (*Wa., Na.*). [α]_D²⁰: +38,9° [Ae.; c = 0,8] (*Wa., Na.*); [α]_D²⁰: +53,1° [A.; c = 2,5] (*Ke., Ph., Pi.*); [α]₄₃₆²³: +118,7° [A.; c = 2,5] (*Ke., Ph., Pi.*).

c) (±)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-amid, (±)-2-methyl-3-phenylpropionamide C₁₀H₁₃NO, Formel II + III (X = NH₂) (H 543).

B. Aus (±)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-chlorid durch Behandeln mit Natriumhydroxid enthaltendem wss. Ammoniak (*Woodruff, Conger*, Am. Soc. 60 [1938] 465), durch Eintragen einer Lösung in Benzol in Natriumhydroxid enthaltendes flüssiges Ammoniak (*Dey, Ramanathan*, Pr. nation. Inst. Sci. India 9 [1943] 193, 209) sowie durch Erwärmen mit einer Lösung von Ammoniak in Benzol (*Kay-Fries Chem. Inc.*, U. S. P.

orid C₁₀H₁₁ClO.
yl-propionyl-
X = Cl).
l = 2]) ist beim
e ([α]_D²⁰: -11,2°
n. Soc. 79 [1957]



III

-propionyl-
(X = Cl) (H 542;
hnet).
: 120° (Wallis,
Chem. 5 [1940]
2,6° [unverd.];
0,0° [unverd.];
unverd.]; [α]_D²⁰:

thyl-1-phenyl-
(S)-2-Methyl-
4 [1932] 4048,

propionyl

H₁₃NO.

opionamid,

Sättigen einer
re-chlorid mit
0).

pionamid,

äther. Lösung
it Hilfe von

06° (Kenyon,
= 0,8] (Ha.,
= 2,5] (Ke.,

onamide

it Natrium-
1938] 465),
les flüssiges
sowie durch
Inc., U. S. P.

2413493 [1941]; vgl. H 543). Beim Erwärmen von 3-Diazo-1-phenyl-butanon-(2) mit ammoniakal. wss. Silbersalz-Lösung (Dean, Robertson, Soc. 1948 1674, 1676).

Krystalle (aus Bzl., wss. A. oder Bzn.) (Kay-Fries Chem. Inc.; Dean, Ro.; Rydon, Soc. 1935 420, 424). F: 108,5° [unkorr.] (King, McMillan, Am. Soc. 68 [1946] 632, 635), 108,4° (Kay-Fries Chem. Inc.), 108° (Dey, Ra.), 107—108° (Woo., Co.).

2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-nitril, 2-Methyl-3-phenyl-propionitril C₁₀H₁₁N.

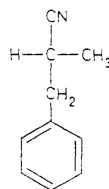
a) (*R*)-2-Methyl-3-phenyl-propionitril, *D*-2-Methyl-3-phenyl-propionitril, (*R*)-2-methyl-3-phenylpropionitrile C₁₀H₁₁N, Formel IV.

Ein partiell racemisches Präparat (K_{P17}: 117°; D₄¹⁹: 0,980; n_D²⁰: 1,5098; [α]_D: -20,6° [unverd.]; [α]_D²⁰ -15,5° [A.; c = 0,5]) ist bei 30-stdg. Erhitzen von (*S*)-2-[Toluol-sulfonyl-(4)-oxy]-1-phenyl-propan mit Natriumcyanid in wasserhaltigem Acetonitril erhalten worden (Kenyon, Phillips, Pittman, Soc. 1935 1072, 1083).

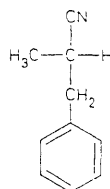
b) (*S*)-2-Methyl-3-phenyl-propionitril, *L*-2-Methyl-3-phenyl-propionitril, (*S*)-2-methyl-3-phenylpropionitrile C₁₀H₁₁N, Formel V.

B. Durch Erhitzen von (*S*)-2-Methyl-3-phenyl-propionsäure-amid mit Phosphor(V)-oxid unter 20 Torr auf 180° (Cram, Haberfeld, Am. Soc. 83 [1961] 2363, 2366; s. a. Kenyon, Ross, Soc. 1951 3407, 3411).

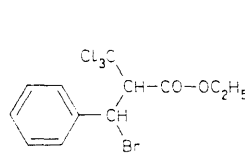
K_{P17}: 127—128° (Ke., Ross). n_D²⁰: 1,5091 (Cram, Ha.; Ke., Ross). α_D²⁰: +37,4° [unverd.; l = 1] (Cram, Ha.).



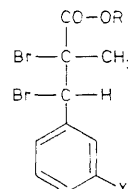
IV



V



VI



VII

c) (\pm)-2-Methyl-3-phenyl-propionitril, (\pm)-2-methyl-3-phenylpropionitrile C₁₀H₁₁N, Formel IV + V.

B. Aus Benzylchlorid und Propionitril in Gegenwart von Natriumamid (Ziegler, D.R.P. 570594 [1930]; Frdl. 19 334, 338).

K_{P17}: 130—135° (Zie.); K_{P15}: 125—127° (Kenyon, Ross, Soc. 1951 3407, 3410). n_D²⁰: 1,5091 (Ke., Ross).

3-Brom-2-trichlormethyl-3-phenyl-propionsäure-äthylester, 3-bromo-3-phenyl-2-(trichloromethyl)propionic acid ethyl ester C₁₂H₁₂BrCl₃O₂, Formel VI.

Opt.-inakt. 3-Brom-2-trichlormethyl-3-phenyl-propionsäure-äthylester C₁₂H₁₂BrCl₃O₂ vom F: 64°.

B. Durch 3-tägiges Erwärmen von *trans*-Zimtsäure-äthylester mit Trichlorbrommethan unter Zusatz von Diacetylperoxid in Stickstoff-Atmosphäre auf 75° (Kharasch, Sage, J. org. Chem. 14 [1949] 537, 539, 540).

F: 64,5°.

2,3-Dibrom-2-methyl-3-phenyl-propionsäure, 2,3-dibromo-2-methyl-3-phenylpropionic acid C₁₀H₁₀Br₂O₂.

Opt.-inakt. 2,3-Dibrom-2-methyl-3-phenyl-propionsäure C₁₀H₁₀Br₂O₂ vom F: 137°, vermutlich (*2RS*:*3SR*)-2,3-Dibrom-2-methyl-3-phenyl-propionsäure, Formel VII (R = H, N = H) — Spiegelbild (H 543; E II 358; dort als α,β -Dibrom- β -phenyl-isobuttersäure und als α -Methyl-zimtsäure-dibromid bezeichnet).

B. Durch mehrtägiges Behandeln von 2-Methyl-3 β -phenyl-acrylsäure mit Brom (Bogert, Davidson, Am. Soc. 54 [1932] 334, 336; vgl. H 543).

Krystalle (aus CCl₄ + PAe.); F: 137°.

Beim Erwärmen mit äthanol. Kaliumjodid-Lösung ist 2-Methyl-3 β -phenyl-acrylsäure erhalten worden.