

Beställare

Urban A vier fjärd
Allégatan 108
621 51 VisbyTill Tekniska Högskolans Bibliotek
Låneexpeditionen
100 44 STOCKHOLM

REPROBESTÄLLNING

Datum

93-06-28

Telefonnr

0498/

Reprokonto

R484

/218312

Lokalsignum

Beställs reproduktion av följande:

Beilsteins Handbch der Organischen
Chemie, Ergänzungswerk III
Bd. 9, sid. 2764-5Källa (om sökt arbete inte kan beläggas, markera med \circ framför anlitade källor)

<input type="checkbox"/>	Remitteras ej	<input type="checkbox"/>	Förstoringskopia A 4
<input type="checkbox"/>	Elastatkopia	<input type="checkbox"/>	Förstoringskopia A 5/A 3

<input type="checkbox"/>	Finns ej
<input type="checkbox"/>	Finns ännu ej
<input type="checkbox"/>	F n ej tillgängligt
<input type="checkbox"/>	Utlånat
<input type="checkbox"/>	Kan kopieras

0
- 685870Här angiven litteratur finns ej i KTHB
Anhålls att

övertar fotobeställningen

<input type="checkbox"/>	Binds
<input type="checkbox"/>	Reserveras för Er
<input type="checkbox"/>	Kan beställas den

Långivande biblioteks tjänsteanteckningar

F: 200° [Zers.; nach Braunfärbung von 170° an].

Beim Behandeln mit wss. Natriumcarbonat-Lösung und anschliessenden Ansäuern mit wss. Salzsäure ist 3.6-Dioxo-5-[4-brom-phenyl]-3.6-dihydro-2H-[1.2]oxazin, beim Behandeln mit wss. Natronlauge und anschliessenden Ansäuern mit wss. Mineralsäure ist [4-Brom-phenyl]-maleinsäure-anhydrid erhalten worden.

(±)-2-Phenyl-buten-(3)-säure-(1) (±)-2-phenylbut-3-enoic acid $C_{10}H_{10}O_2$, Formel II (E II 409; dort als Vinyl-phenyl-essigsäure bezeichnet).

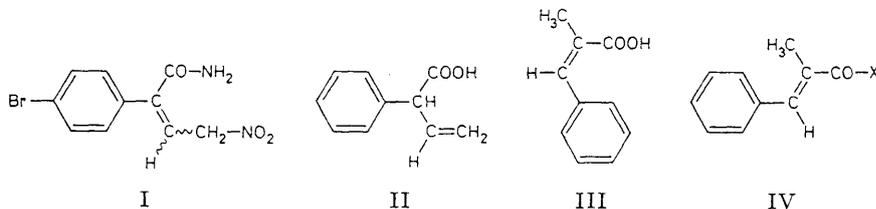
F: 32-33° (Iliceto, Gaggia, G. 90 [1960] 262, 265).

2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure, α -Methyl-zimtsäure $C_{10}H_{10}O_2$.

a) 2-Methyl-3c-phenyl-acrylsäure, α -Methyl-cis-zimtsäure, α -methyl-cis-cinnamic acid $C_{10}H_{10}O_2$, Formel III (E I 255).

B. Neben 2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure beim Eintragen von wss. Benzoldiazoniumchlorid-Lösung in ein Gemisch von Natrium-methacrylat, Kupfer(II)-chlorid und Natriumacetat in wss. Aceton (Fusco, Rossi, G. 78 [1948] 524, 531, 532). Aus 2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure bei der Bestrahlung der Schmelze oder einer warmen Lösung in Tetrachlormethan mit UV-Licht (Burton, Shoppee, Soc. 1935 1156, 1159; vgl. E I 255).

Blättchen (aus W.); F: 90° (Fu., Ro.). Elektrolytische Dissoziation in wss. Aceton: Kleene, Westheimer, Wheland, Am. Soc. 63 [1941] 791.



b) 2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure, α -Methyl-trans-zimtsäure, α -methyl-trans-cinnamic acid $C_{10}H_{10}O_2$, Formel IV (X = OH) (H 615; E I 255; E II 409).

B. Neben 2-Methyl-3c-phenyl-acrylsäure beim Eintragen von wss. Benzoldiazoniumchlorid-Lösung in ein Gemisch von Natrium-methacrylat, Kupfer(II)-chlorid und Natriumacetat in wss. Aceton (Fusco, Rossi, G. 78 [1948] 524, 531, 532). Neben 2-Phenyl-trans-crotonsäure beim Erwärmen von 1-Phenyl-propin-(1) mit Nickel-tetracarbonyl in Essigsäure und wss. Aceton (Reppe, A. 582 [1953] 1, 16, 35; s. a. J. W. Reppe, Acetylene Chemistry [New York 1949] S. 153, 156). Durch Behandeln von opt.-inakt. 3-Hydroxy-2-methyl-3-phenyl-propionsäure-äthylester (Kp_{II}: 157-158°) mit Thionylchlorid und Pyridin und Behandeln des Reaktionsprodukts mit wss.-äthanol. Kallilauge (Farmer, Hose, Soc. 1933 962, 965).

Krystalle (aus W. oder aus Ae. + PAe.), F: 82-83° (Holden, Lapworth, Soc. 1931

E III 9

2368, 2375; Johnson, Hein. bis 75° (Fa., Hose). UV-Spektrum: Elektrolytische Dissoziation 63 [1941] 791.

Geschwindigkeit der Bromwasserstoffsäure und beim Behandeln einer Lösung von Unterchlorigsäure bei 0° (156°), 2-Chlor-1-phenyl-propin Überführung in 3-Phenyl-propin und Pyridin auf 170°: Geschwindigkeit der Reaktion mit Äthanol

2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure

2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure $C_{12}H_{14}O_2$, Formel IV (X = OH) UV-Spektrum: Ramart. Geschwindigkeit der Hydrolyse: Trivedi, Bl. [4] 53 [1933]

3-[2-Methyl-3-phenyl-acryloyloxy]-hydro-1H-cyclopenta[*a*]piperidin

(10R)-3c-[2-Methyl-3t-phenyl-acryloyloxy]-cholesterin O -[2-Methyl-3t-phenyl-acryloyloxy]-cholesterin $C_{37}H_{54}O_2$, Formel V. B. Durch Erhitzen von 2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure (CIBA, Brit. P. 243 510 [1933] Nadeln (aus A. + E.); Schmelzpunkt 175° klar wird].

2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure nitril $C_{12}H_{11}NO_2$.

2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure methyl ester $C_{12}H_{11}NO_2$, Formel VI. B. Durch Eintragen von 2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure in wss. Natriumcyanid und Erhitzen (Kp₃: 162-163°. n_D²⁰: 1,4100).

2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure

2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure 2-(diethylamino)ethyl ester Hydrochlorid $C_{16}H_{23}N$

4-Nitro-2-[3-brom-phenyl]-crotonsäure-amid, 4-Nitro-2-[3-brom-phenyl]-crotonamid, 2-(m-bromophenyl)-4-nitrocrotonamide $C_{10}H_9BrN_2O_3$, Formel XII.

Ein Präparat (Krystalle; Zers. bei 180° [nach Sintern von 145° an]) von ungewisser konfigurativer Einheitlichkeit ist beim Behandeln von 4-Nitro-5-phenyl-2-[3-brom-phenyl]-pentadien-(2.4)-säure-(1)-nitril (F: 108°) mit Kaliummethylat in Methanol und Behandeln einer Lösung des Reaktionsprodukts in Äther mit wss. Schwefelsäure erhalten und durch Lösen in wss. Natriumcarbonat-Lösung und anschließendes Ansäuern mit Mineralsäure in 3.6-Dioxo-5-[3-brom-phenyl]-3.6-dihydro-2H-[1.2]oxazin übergeführt worden (Neber, Föhr, Bauer, A. 478 [1930] 197, 207).

4-Nitro-2-[4-brom-phenyl]-crotonsäure-amid, 4-Nitro-2-[4-brom-phenyl]-crotonamid, 2-(p-bromophenyl)-4-nitrocrotonamide $C_{10}H_9BrN_2O_3$, Formel I.

4-Nitro-2-[4-brom-phenyl]-crotonsäure-amid $C_{10}H_9BrN_2O_3$ vom F: 200°.

B. Aus 4-Nitro-5-phenyl-2-[4-brom-phenyl]-pentadien-(2.4)-säure-(1)-nitril (F: 150°) analog dem im vorangehenden Artikel beschriebenen Präparat (Neber, Föhr, Bauer, A. 478 [1930] 197, 205).

F: 200° [Zers.; nach Braunfärbung von 170° an].

Beim Behandeln mit wss. Natriumcarbonat-Lösung und anschließenden Ansäuern mit wss. Salzsäure ist 3.6-Dioxo-5-[4-brom-phenyl]-3.6-dihydro-2H-[1.2]oxazin, beim Behandeln mit wss. Natronlauge und anschließenden Ansäuern mit wss. Mineralsäure ist [4-Brom-phenyl]-maleinsäure-anhydrid erhalten worden.

(±)-2-Phenyl-buten-(3)-säure-(1) (±)-2-phenylbut-3-enoic acid $C_{10}H_{10}O_2$, Formel II (E II 409; dort als Vinyl-phenyl-essigsäure bezeichnet).

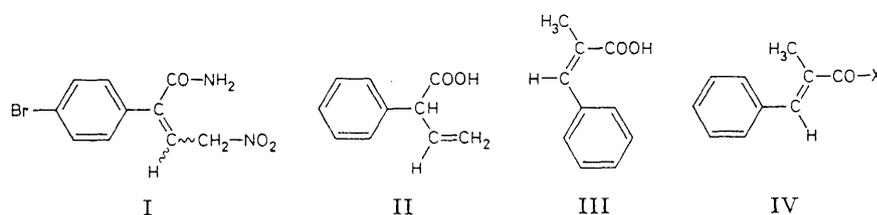
F: 32–33° (Iliceto, Gaggia, G. 90 [1960] 262, 265).

2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure, α-Methyl-zimtsäure $C_{10}H_{10}O_2$.

a) **2-Methyl-3c-phenyl-acrylsäure, α-Methyl-cis-zimtsäure, α-methyl-cis-cinnamic acid** $C_{10}H_{10}O_2$, Formel III (E I 255).

B. Neben 2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure beim Eintragen von wss. Benzoldiazoniumchlorid-Lösung in ein Gemisch von Natrium-methacrylat, Kupfer(II)-chlorid und Natriumacetat in wss. Aceton (Fusco, Rossi, G. 78 [1948] 524, 531, 532). Aus 2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure bei der Bestrahlung der Schmelze oder einer warmen Lösung in Tetrachlormethan mit UV-Licht (Burton, Shoppee, Soc. 1935 1156, 1159; vgl. E I 255).

Blättchen (aus W.); F: 90° (Fu., Ro.). Elektrolytische Dissoziation in wss. Aceton: Kleene, Westheimer, Wheland, Am. Soc. 63 [1941] 791.



b) **2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure, α-Methyl-trans-zimtsäure, α-methyl-trans-cinnamic acid** $C_{10}H_{10}O_2$, Formel IV (X = OH) (H 615; E I 255; E II 409).

B. Neben 2-Methyl-3c-phenyl-acrylsäure beim Eintragen von wss. Benzoldiazoniumchlorid-Lösung in ein Gemisch von Natrium-methacrylat, Kupfer(II)-chlorid und Natriumacetat in wss. Aceton (Fusco, Rossi, G. 78 [1948] 524, 531, 532). Neben 2-Phenyl-trans-crotonsäure beim Erwärmen von 1-Phenyl-propin-(1) mit Nickel-tetracarbonyl in Essigsäure und wss. Aceton (Reppe, A. 582 [1953] 1, 16, 35; s. a. J. W. Reppe, Acetylene Chemistry [New York 1949] S. 153, 156). Durch Behandeln von opt.-inakt. 3-Hydroxy-2-methyl-3-phenyl-propionsäure-äthylester (K_{p11} : 157–158°) mit Thionylchlorid und Pyridin und Behandeln des Reaktionsprodukts mit wss.-äthanol. Kalilauge (Farmer, Hose, Soc. 1933 962, 965).

Krystalle (aus W. oder aus Ae. + PAe.), F: 82–83° (Holden, Lapworth, Soc. 1931

2368, 2375; Johnson, Hein. bis 75° (Fa., Hose). UV-Spektrum. Elektrolytische Dissoziation 63 [1941] 791.

Geschwindigkeit der Dissoziation in Bromwasserstoffsäure und in Salzsäure. Beim Behandeln einer Lösung in Äther mit Unterchlorigsäure bei 0° (F. 156°), 2-Chlor-1-phenyl-propin. Überführung in 3-Phenyl-pyridin und Pyridin auf 170°. Geschwindigkeit der Reaktion mit Äthanol

2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure

2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure $C_{12}H_{14}O_2$, Formel IV (X =

UV-Spektrum: Ramart.

Geschwindigkeit der Hydrolyse

Trivedi, Bl. [4] 53 [1933]

3-[2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure]-hydro-1H-cyclopenta[α]phenol

(10R)-3c-[2-Methyl-3t-phenyl-

hexyl]-(8cH.9tH.14tH)-Δ^{5,10}-1,4-dioxo-

3t-phenyl-acryloyloxy]-cholesterin

O-[2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure]-

5-ene $C_{37}H_{54}O_2$, Formel V.

B. Durch Erhitzen von 2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure

(CIBA, Brit. P. 243510 [1933] 1933)

Nadeln (aus A. + E.); F: 175° klar wird].

2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure-nitril $C_{12}H_{11}NO_2$.

2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure-methyl ester $C_{12}H_{11}NO_2$, Formel VI.

B. Durch Eintragen von 2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure

von Natriumcyanid und Natriumacetat in wss. Aceton

K_p : 162–163°. n_D^{25} : 1.4800

2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure

2-Methyl-3t-phenyl-acrylsäure

acid 2-(diethylamino)ethyl ester

Hydrochlorid $C_{16}H_{23}NO_2$

2368, 2375; Johnson, Heinz, Am. Soc. 71 [1949] 2913, 2914); Prismen (aus PAe.), F: 74° bis 75° (Fa., Hose). UV-Spektrum: Ramart-Lucas, Trivédi, Bl. [4] 53 [1933] 178, 185. Elektrolytische Dissoziation in wss. Aceton: Kleene, Westheimer, Wheland, Am. Soc. 63 [1941] 791.

Geschwindigkeit der Decarboxylierung beim Behandeln mit Gemischen von wss. Bromwasserstoffsäure und Essigsäure bei 140°: Jo., Heinz, l. c. S. 2914, 2915, 4167. Beim Behandeln einer Lösung in Äther oder einer Suspension in Wasser mit wss. Unterchlorigsäure bei 0° sind 2-Chlor-3-hydroxy-2-methyl-3-phenyl-propionsäure (F: 156°), 2-Chlor-1-phenyl-propen-(1) und andere Substanzen erhalten worden (Fa., Hose). Überführung in 3-Phenyl-propionsäure-amid durch Erhitzen mit wss. Ammoniak, Schwefel und Pyridin auf 170°: Davis, Carmack, J. org. Chem. 12 [1947] 76. Geschwindigkeit der Reaktion mit Äthanol bei 100°: Ra.-Lu., Tr.

2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure-äthylester $C_{12}H_{14}O_2$.

2-Methyl-3*t*-phenyl-acrylsäure-äthylester, α -methyl-trans-cinnamic acid ethyl ester $C_{12}H_{14}O_2$, Formel IV (X = OC_2H_5) (H 616; E I 255; E II 409).

UV-Spektrum: Ramart-Lucas, Bl. [5] 1 [1934] 719, 724.

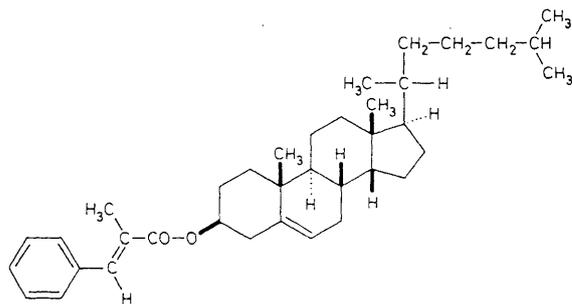
Geschwindigkeit der Hydrolyse in wss.-äthanol. Salzsäure bei 100°: Ramart-Lucas, Trivédi, Bl. [4] 53 [1933] 178, 183.

3-[2-Methyl-3-phenyl-acryloyloxy]-10.13-dimethyl-17-[1.5-dimethyl-hexyl]- Δ^5 -tetradecahydro-1*H*-cyclopenta[*a*]phenanthren $C_{37}H_{54}O_2$.

(10*R*)-3*c*-[2-Methyl-3*t*-phenyl-acryloyloxy]-10*r*.13*c*-dimethyl-17*c*-[(*R*)-1.5-dimethyl-hexyl]--(8*cH*.9*tH*.14*tH*)- Δ^5 -tetradecahydro-1*H*-cyclopenta[*a*]phenanthren, 3 β -[2-Methyl-3*t*-phenyl-acryloyloxy]-cholesten-(5), 2-Methyl-3*t*-phenyl-acrylsäure-cholesterylester, *O*-[2-Methyl-3*t*-phenyl-acryloyloxy]-cholesterin, 3 β -(α -methyl-trans-cinnamoyloxy)cholest-5-ene $C_{37}H_{54}O_2$, Formel V.

B. Durch Erhitzen von 2-Methyl-3*t*-phenyl-acrylsäure-chlorid mit Cholesterin in Xylol (CIBA, Brit.P. 243 510 [1924]).

Nadeln (aus A. + E.); F: 106° [nach Erweichen bei 103°; trübe Schmelze, die bei 175° klar wird].



V

2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure-cyanmethylester, [2-Methyl-3-phenyl-acryloyloxy]-acetonitril $C_{12}H_{11}NO_2$.

2-Methyl-3*t*-phenyl-acrylsäure-cyanmethylester, α -methyl-trans-cinnamic acid cyanomethyl ester $C_{12}H_{11}NO_2$, Formel IV (X = $O-CH_2-CN$).

B. Durch Eintragen von 2-Methyl-3*t*-phenyl-acrylsäure-chlorid in eine wss. Lösung von Natriumcyanid und Formaldehyd (Moury, Am. Soc. 66 [1944] 371).

K_p: 162—163°. n_D²⁵: 1,5669.

2-Methyl-3-phenyl-acrylsäure-[2-diäthylamino-äthylester] $C_{16}H_{23}NO_2$.

2-Methyl-3*t*-phenyl-acrylsäure-[2-diäthylamino-äthylester], α -methyl-trans-cinnamic acid 2-(diethylamino)ethyl ester $C_{16}H_{23}NO_2$, Formel IV (X = $O-CH_2-CH_2-N(C_2H_5)_2$).

Hydrochlorid $C_{16}H_{23}NO_2 \cdot HCl$. B. Durch Erwärmen von 2-Methyl-3*t*-phenyl-acryl-