

## KLAUS THEWALT und WALTER RUDOLPH

Notiz zur Hydrierung von  $\beta$ -[5-Phenyl-furyl-(2)]-propionsäureestern<sup>1)</sup>**Darstellung von  
 $\gamma$ -Cyclohexylpropyl- $\gamma$ -butyrolacton und 7-Phenyl-heptanol-(1)**Aus der Wissenschaftlichen Abteilung der Chemischen Werke Witten,  
Gesellschaft mit beschränkter Haftung, Witten/Ruhr

(Eingegangen am 19. März 1963)

Wie wir nachträglich feststellten, hatten wir bei der von uns beschriebenen<sup>2)</sup> Lacton-Hydrogenolyse nicht das  $\gamma$ -Phenylpropyl- $\gamma$ -butyrolacton (VIIIa in l. c.<sup>1)</sup>), sondern das  $\gamma$ -Cyclohexylpropyl- $\gamma$ -butyrolacton eingesetzt. Das neben dem 7-Cyclohexyl-heptanol-(1) anfallende Diol ist demnach als 7-Cyclohexyl-heptandiol-(1.4) anzusprechen, wie Reproduktionsversuche ergaben. Das bei den seinerzeitigen Untersuchungen verwendete Lacton war nicht, wie üblich, aus  $\beta$ -[5-Phenyl-furyl-(2)]-propionsäure-butylester mittels Pd/C hergestellt worden, sondern stammte aus einer Versuchscharge mit Raney-Nickel bei 160°/250 at, wobei der Phenylkern des entstehenden Lactons ebenfalls hydriert wird. Die Temperaturgrenze liegt, wie wir jetzt feststellten, in Analogie zu den bisherigen Erfahrungen im Bereich von 150–170°. Es ist so eine bequeme Möglichkeit gegeben, aus  $\beta$ -[5-Phenyl-furyl-(2)]-propionsäureestern sowohl  $\gamma$ -Phenylpropyl- $\gamma$ -butyrolacton als auch das  $\gamma$ -Cyclohexylpropyl- $\gamma$ -butyrolacton herzustellen. Durch Hydrogenolyse erhält man: 7-Phenyl-heptanol-(1) und 7-Phenyl-heptan-diol-(1.4), bzw. 7-Cyclohexyl-heptanol-(1) und 7-Cyclohexyl-heptandiol-(1.4), von denen das 7-Phenyl-heptanol-(1) damit ebenfalls auf der Basis von Furfuryliden-acetophenon zugänglich geworden ist.

**BESCHREIBUNG DER VERSUCHE**

*$\gamma$ -Cyclohexylpropyl- $\gamma$ -butyrolacton:* 100 g  $\beta$ -[5-Phenyl-furyl-(2)]-propionsäure-butylester werden in Dioxan gelöst und in Gegenwart von 3 g Raney-Nickel bei 250 at/220° hydriert. Nach Abdestillieren des Lösungsmittels und des abgespaltenen Butanols erhält man 74 g des fruchtartig riechenden, farblosen *Lactons* (96% d. Th.). Sdp.<sub>1</sub> 159–160°,  $n_D^{20}$  1.4772<sup>\*)</sup>.

$C_{13}H_{22}O_2$  (210.3) Ber. C 74.40 H 10.56 Gef. C 74.56 H 10.32

*7-Phenyl-heptanol-(1):* 100 g  $\gamma$ -Phenylpropyl- $\gamma$ -butyrolacton werden in Dioxan gelöst und mit 15 g Kupfer-Chromit-Katalysator bei 250 at/220° hydriert. Nach Abdestillieren des Lösungsmittels erhält man durch fraktionierende Destillation 39 g (41% d. Th.) 7-Phenyl-heptanol-(1) bei 122–123°/1 Torr (Lit.<sup>3)</sup>: 135°/4 Torr) und 46 g (45% d. Th.) 7-Phenyl-heptandiol-(1.4) bei 170–171°/1 Torr.  $n_D^{20}$  1.5109.

$C_{13}H_{20}O$  (192.3) Ber. C 81.19 H 10.48 Gef. C 81.02 H 10.70

*Phenylurethan:* Farblos kristallin, Schmp. 77–78°.

$C_{20}H_{25}NO_2$  (311.5) Ber. N 4.50 Gef. N 4.75

*3.5-Dinitro-benzoat:* Farblos kristallin, Schmp. 48–49°.

$C_{20}H_{22}N_2O_6$  (386.4) Ber. N 7.25 Gef. N 7.45

<sup>\*)</sup> Berichtigung für  $\gamma$ -Phenylpropyl- $\gamma$ -butyrolacton (VIIIa): lies  $n_D^{20}$  1.5209.

<sup>1)</sup> K. THEWALT und W. RUDOLPH, Chem. Ber. 96, 136 [1963].

<sup>2)</sup> l. c.<sup>1)</sup>, S. 139, S. Absatz.

<sup>3)</sup> I. N. NAZAROV und L. I. SHMONINA, Zhur. Obsheĭ Khim. 20, 1114 [1950]; C. A. 44, 9461 [1950].