



Doctoral Thesis

## Beitrag zur Kenntnis der Thiophene in schweizerischem Schieferöl

**Author(s):**

Sury, Ernst

**Publication Date:**

1949

**Permanent Link:**

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-000096585> →

**Rights / License:**

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#) →

This page was generated automatically upon download from the [ETH Zurich Research Collection](#). For more information please consult the [Terms of use](#).

**Beitrag zur Kenntnis der Thiophene  
in schweizerischem Schieferöl  
Synthesen einiger Alkyl-Thiophene**

VON DER

**EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN  
HOCHSCHULE IN ZÜRICH**

ZUR ERLANGUNG

**DER WÜRDE EINES DOKTORS DER  
TECHNISCHEN WISSENSCHAFTEN**

GENEHMIGTE

**PROMOTIONSARBEIT**

VORGELEGT VON

**ERNST SURY**

**DIPLOMIERTER INGENIEUR-CHEMIKER  
VON WILER-UTZENSTORF (BERN)**

Referent: Herr Prof. Dr. Pl. A. Plattner

Korreferent: Herr Prof. Dr. L. Ruzicka

Damit ist immerhin die Möglichkeit gegeben, festzustellen, ob die auf analytischem Wege aus dem Schieferteeröl abgetrennten Acetyl-thiophene der  $\alpha$ - oder der  $\beta$ -Reihe angehören.

Der Vollständigkeit halber sei hier auf die deutlich voneinander verschiedenen Ultraviolet-Absorptionskurven von Thiophen, Furan, Pyrrol <sup>68)</sup> und Benzol <sup>69)</sup> verwiesen.

In neuerer Zeit hat LECOMTE <sup>70)</sup> mit dem Studium der Ultrarot-Spektren von Thiophen und einigen seiner Homologen begonnen.

\* \* \*

#### Z u s a m m e n f a s s u n g .

Schweizerisches Schieferteeröl wurde gereinigt und fraktioniert. Während aus Fraktion 1 kein Thiophen isoliert werden konnte, gelang es, aus Fraktion 2 2-Methyl-thiophen als 2-Methyl-5-chlormercuri-thiophen vom Schmelzpunkt 208-209° abzutrennen. Durch Acetylierung und Ueberführung in die entsprechenden Semicarbazone, p-Nitro-phenylhydrazone oder 2,4-Dinitro-phenyl-hydrazone wurden in der Oelfraktion 3 2-Aethyl- und 2,3-Dimethyl-thiophen nachgewiesen. In derselben Weise wurde aus der Fraktion 4 ein der Propyl-thiophen-Reihe angehörendes Acetyl-thiophen, dessen Semicarbazone bei 187-187,5°, das p-Nitro-phenyl-hydrazon bei 164° und das 2,4-Dinitro-phenyl-hydrazon bei 204-205° schmolzen, isoliert. Ein weiteres isomeres Keton konnte nicht in reiner Form erhalten werden. Ein drittes der Propyl-thiophen-Reihe angehörendes Acetyl-thiophen wurde aus der Fraktion 5 erhalten; das Semicarbazone schmolz bei 242°, das p-Nitro-phenyl-hydrazon bei 200,5-201°. Aus der Fraktion 6 wurden 2 der Butyl-thiophen-Reihe angehörende Acetyl-thiophene erhalten, deren Semicarbazone bei 206 bis 206,5° bzw. 167,5-168,5° schmolzen. Ferner gelang es, aus der Fraktion 7 ein acetyliertes Amyl-thiophen, dessen Semicarbazone bei 235-236° schmolz, zu gewinnen.

Ohne Erfolg wurde versucht, die Acetyl-thiophene durch chromatographische Adsorption an Aluminiumoxyd in die einzelnen Isomeren zu trennen.

Ferner wurden die Acetyl-thiophene aus der Fraktion 3 zur Carbonsäure-Stufe abgebaut und zwar (a) mit Natrium-hypobromit, wobei eine Kern-Bromierung stattfand, und (b) über das Isonitroso-Keton zum Methylester der entsprechenden Thiophen-carbonsäure.

Im zweiten Teil der vorliegenden Arbeit wurde ausser einigen bereits bekannten eine Anzahl neuer Alkyl-Thiophene und Thienyl-Ketone zu Vergleichszwecken synthetisiert. Die hierzu erforderlichen Methoden wurden im Prinzip aus der Literatur übernommen, die Reaktionsbedingungen aber in den meisten Fällen modifiziert. Eine ausführliche Zusammenstellung der im Rahmen dieser Arbeit dargestellten Verbindungen findet sich auf den folgenden Seiten.

Es gelang ferner, homologe und isomere Acyl-thiophene durch chromatographische Adsorption an Aluminiumoxyd zu trennen.

\* \* \*