

Zu demselben Resultate war ich schon vor mehreren Jahren bei der Destillation eines anderen Steinkohlentheeröls gekommen. Man darf daraus wohl den Schluss ziehen, dass im Steinkohlentheer kein zwischen 170 und 200° siedender Kohlenwasserstoff in namhafter Menge vorhanden ist.

Ein günstigeres Resultat wurde bei der Fractionirung des zwischen 220 und 270° aufgefangenen Theils erhalten. Nachdem die Destillation von 5 zu 5 Graden oft wiederholt war, erstarrten sämmtliche zwischen 242 und 263° aufgefangenen Fractionen beim Abkühlen. Da durch fortgesetztes Destilliren ein constant siedendes Produkt nicht erhalten werden konnte, blieb nichts Anderes übrig, als die obigen Fractionen abzukühlen und dann abzupressen. So wurde eine weisse feste Krystallmasse erhalten, die bei Zimmertemperatur fest blieb, bei der Destillation vollständig zwischen 245 und 250° überdestillirte und in der Vorlage augenblicklich wieder erstarrte. Nach zweimaligem Umkrystallisiren aus Alkohol schmolz der so erhaltene Kohlenwasserstoff bei 70—71° und besass alle Eigenschaften des Diphenyls. Das Vorkommen von Diphenyl im Steinkohlentheer ist leicht verständlich und schon von verschiedenen Chemikern vermuthet, aber seltsamer Weise bis jetzt nicht nachgewiesen worden. Die flüssigen Kohlenwasserstoffe, welche das Diphenyl begleiten und die Ursache sind, dass keine der verschiedenen Fractionen schon bei Zimmertemperatur erstarrt, gingen bei der Abscheidung des Diphenyls durch Abpressen verloren. Sie bedürfen einer neuen Untersuchung.

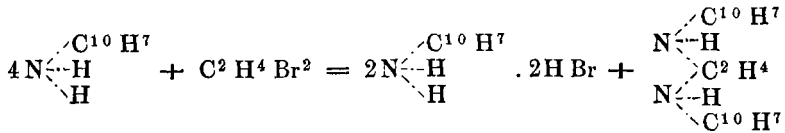
Tübingen, den 30. December 1874.

5. F. Reuter: Ueber Monoäthylendinaphtyldiamin.

(Eingegangen am 5. Januar; verl. in der Sitzung von Hrn. Oppenheim.)

Als ich vor längerer Zeit Aethylenbromid mit Naphtylamin in einem Glaskölbchen über freiem Feuer erhitzte, trat bald eine heftige Reaction ein. Nach dem Erkalten zeigten sich Krystalle von bromwasserstoffsauerm Naphtylamin und neben schwarzbraunen harzartigen Produkten war, meine Voraussetzung bestätigend, eine neue Base entstanden, das Monoäthylendinaphtyldiamin. Wegen der oben erwähnten, hartnäckig anhängenden, harzartigen Produkte war die Reindarstellung jener Base mit grossen Schwierigkeiten verbunden. Ich suchte jetzt bei niedrigen Temperaturen zu arbeiten, fügte bei einem zweiten Versuche zu diesem Behufe als Lösungsmittel eine entsprechende Menge Benzol hinzu und fand nun Folgendes:

Setzt man nach der Gleichung:



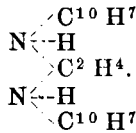
zu 100 Gr. Naphtylamin etwa 30 Gr. Aethylenbromid und 60 Gr. Benzol und erhitzt diese Körper in einer geräumigen Retorte mit verbundenem Rückflusskühler auf dem Sandbade gelinde bis zum gleichmässigen Sieden des Benzols, so tritt gewöhnlich schon nach Verlauf von einer halben Stunde die gewünschte Reaction ein. Die Retorte füllt sich nach und nach mit langen durchsichtigen Krystallen von bromwasserstoffsauerm Naphtylamin und am Boden derselben erhärtet schliesslich die entstandene Base zu einem wachsgelben Kuchen. Nach etwa zwei (bis $2\frac{1}{2}$) Stunden ist der Process in der Regel beendet. Nach dem Abdestilliren des Benzols übergiesst man den Inhalt der Retorte mit heissem Wasser und entfernt auf diesem Wege das in Wasser leicht lösliche bromwasserstoffsauere Naphtylamin. Die zurückbleibende Base wird behufs Reindarstellung in absolutem Alkohol gelöst und in ihr salzsaure Salz umgewandelt. Letzteres wäscht man mit gewöhnlichem Alkohol und übergiesst es nach dem Pressen zwischen Filtrirpapier, dem Trocknen und Zerreiben, mit Ammoniak. Ein vierundzwanzigstündiges Stehenlassen genügt zur Abscheidung der jetzt ganz weissen, amorphen Base. Man hat dieselbe nach abermaligem Filtriren, Auswaschen und Pressen nur noch aus absolutem Alkohol umzukrystallisiren. Sie ist alsdann nach dem schliesslichen Trocknen bei 110° vollkommen rein zur Elementaranalyse und zeigt den Schmelzpunkt 127° . In diesem Zustande der Reinheit ist sie ganz farb-, geruch- und geschmacklos, unlöslich in Wasser, wenig löslich in gewöhnlichem, leichter löslich in absolutem Alkohol und sehr leicht löslich in Aether. Aus anderen Lösungsmitteln, wie Benzol, Schwefelkohlenstoff, Ligroin und Amylalkohol scheiden sich höchst selten schöne Krystalle aus. Die Elementaranalyse des auf die angegebene Weise dargestellten Körpers gab folgendes Resultat:

0.2800 Gr. trockener Substanz lieferten:

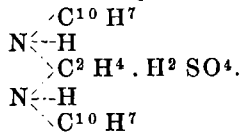
an Kohlensäure 0.8677 Gr. = 0.236645 C = 84.51 pCt.,
 „ Wasser 0.1642 Gr. = 0.018244 H = 6.52 pCt.

	Berechnet.		Gefunden.
N ²	28	8.97	—
C ²²	264	84.62	84.51
H ²⁰	20	6.41	6.52

übereinstimmend mit der in der oben aufgestellten Gleichung angenommenen rationellen Formel:



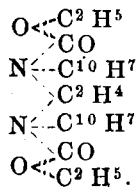
Das Monoäthylendinaphtyldiamin bildet mit Säuren leicht krystallisirbare Salze. Eins der unlöslichsten Salze dieser Base ist das schwefelsaure Salz. Es krystallisirt aus der alkoholischen Lösung der bezeichneten Base, wenn man dieser tropfenweise verdünnte Schwefelsäure zusetzt, momentan in kleinen, mikroskopischen Krystallen mit ausgezeichnetem Silberglanz. 0.3033 Gr. des bei 110° getrockneten Salzes gaben 0.1715 Ba SO⁴ = 0.07061803 SO⁴ = 23.25 pCt. SO⁴. Berechnet: 23.41 SO⁴, mithin entsprechend der Formel:



Die in der beschriebenen Base vorhandenen beiden disponibelen Wasserstoffatome liessen die Möglichkeit, andere Radikale zu substituiren, im Voraus erwarten. Ich liess auf reines Monoäthylendinaphtyldiamin Chlorkohlensäureäther einwirken und erhielt Monoäthylendinaphtyldiaminurethan, einen bei 156° schmelzenden, in Alkohol leicht löslichen Körper. Von diesen gaben 0.2995 Gr. trockene Substanz an:

Kohlensäure	0.8129 = 0.2217	C = 74.02 pCt.,	
Wasser	0.1746 = 0.0194	H = 6.47 pCt.	
	Berechnet.	Gefunden.	
N ²	28	6.14	—
C ²⁸	336	73.68	74.02
H ²⁸	28	6.14	6.47
O ⁴	64	14.04	—

entsprechend der Formel:



Eine ausführlichere Beschreibung aller übrigen aus dem Monoäthylendinaphtyldiamin von mir dargestellten Körper darf ich mir vorbehalten.

Hannover, Laboratorium der polytechnischen Schule, den
4. Januar 1875.