

Chloratome in der Stellung $\beta_1 = \beta_2$ hat. Die Stellung des dritten Chloratoms in dem Naphtalinkerne ist nicht bekannt. Ich habe versucht, das Kaliumsalz der Diazonaphtalindisulfosäure durch Kochen mit absolutem Alkohol in Naphtalindisulfosäure zu verwandeln, aber diese Reaction gelang mir nicht.

Atterberg¹⁾ hat durch Einwirkung von Chlor auf α -Nitronaphtalin ein Trichlornaphtalin mit dem Schmelzpunkt 90°C . erhalten. Ob dieses Trichlornaphtalin mit dem meinigen identisch ist oder nicht, kann ich jetzt nicht bestimmen. Sind sie identisch, so hat mein Trichlornaphtalin ein Chloratom in einer α -Stellung und die beiden übrigen in der Stellung $\beta_1 = \beta_2$.

Die Untersuchung wird fortgesetzt.

Upsala, im December 1888. Universitäts-Laboratorium.

645. A. Voswinkel: Ueber das Orthodiäthylbenzol.

[Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Bonn.]

(Eingegangen am 21. December.)

Da ich das Orthodiäthylbenzol mittelst der Friedel-Crafts'schen Synthese nicht erhalten hatte²⁾, so interessirte es mich, genannten Kohlenwasserstoff in anderer Weise darzustellen und zwar wählte ich hierzu die Fittig'sche Synthese ausgehend vom Orthodichlorbenzol.

Die Einwirkung des Natriums auf das Gemisch von Orthodichlorbenzol und Aethylbromid begann schon nach wenigen Minuten und verlief so heftig, dass ich durch starkes Abkühlen die Reaction mässigen musste. Nach Verlauf von zwölf Stunden war die Umsetzung zu Ende, das flüssige Reactionsproduct wurde mit sammt dem von den Halogensalzen herrührenden Aetherauszug der fractionirten Destillation unterworfen. Bis 190°C . destillirte verhältnissmässig wenig, auch konnte beim Steigern der Temperatur bis auf 220°C . nicht mehr viel übergetrieben werden. Der Rückstand bestand in einer amorphen, weichen, harzartigen Masse, aus welcher nichts krystallinisches erhalten werden konnte. Die unter 190°C . siedenden Fractionen sammelten sich schliesslich hauptsächlich zwischen 180 bis 185°C . an. Jedoch muss ich bemerken, dass die Ausbeute herzlich

¹⁾ Diese Berichte IX, 926.

²⁾ Diese Berichte XXI, 2829.

schlecht war und ich aus 300 g Orthodichlorbenzol nur ca. 25 g des rohen Kohlenwasserstoffes erhalten habe.

o-Diäthylbenzol, $C_6H_4 \cdot C_2H_5^1 \cdot C_2H_5^2$, aus dem reinen Sulfamid durch Erhitzen mit Salzsäure dargestellt, ist eine farblose, das Licht stärker als Wasser brechende Flüssigkeit von schwach aromatischem Geruch und vom spec. Gewicht 0.8662 bei $\frac{18^\circ C.}{4^\circ C.}$. Es siedet constant zwischen $184 - 184.5^\circ C.$ und wurde bei $-20^\circ C.$ dickflüssig.

Mit Pikrinsäure verbindet es sich nicht.

0.364 g lieferten bei der Verbrennung 1.195 g Kohlensäure = 0.325 g Kohlenstoff und 0.343 g Wasser = 0.0381 g Wasserstoff.

Ber. für $C_{10}H_{14}$	Gefunden
C 89.58	89.28 pCt.
H 10.44	10.46 »

Durch Kaliumpermanganat in wässriger, alkalischer Lösung wird es zu *o*-Phtalsäure oxydirt.

Der oben erwähnte zwischen $180 - 185^\circ C.$ siedende rohe Kohlenwasserstoff löste sich in gleichem Volumen concentrirter und dem halben Volumen mässig rauchender Schwefelsäure nach kräftigem Schütteln und Erhitzen auf $50 - 60^\circ$ bald auf. Durch Zusatz von Eis wurde die Sulfonsäure abgeschieden und hierauf in das Baryumsalz übergeführt.

o-Diäthylbenzolsulfosaures Baryum, $(C_{10}H_{13}SO_3)_2Ba$ + H_2O , krystallisirt in kleinen centrisch geordneten Prismen, welche in Wasser ziemlich leicht löslich sind.

0.696 g des Salzes verloren bei $110 - 120^\circ C.$ 0.023 g Krystallwasser.

Ber. für $(C_{10}H_{13}SO_3)_2Ba + H_2O$	Gefunden
H_2O 3.09	3.11 pCt.

0.426 g lieferten 0.172 g Baryumsulfat = 0.101 g Baryum.

Berechnet	Gefunden
Ba 23.4	23.7 pCt.

Das Kaliumsalz dieser Sulfonsäure ist in Wasser sehr leicht löslich und konnte deshalb nicht krystallisirt erhalten werden. In concentrirter Lösung wird es durch Alkohol amorph gefällt, ist jedoch im Ueberschuss des Fällungsmittels wieder löslich.

o-Diäthylbenzolsulfamid, $C_{10}H_{13}SO_2NH_2$, krystallisirt aus verdünntem Weingeist in farblosen, rhombischen Tafeln, welche bei $119^\circ C.$ schmelzen. (Das Amid der *m*-Diäthylbenzolsulfonsäure schmilzt bei $101 - 102^\circ C.$ und dasjenige der *p*-Diäthylsulfonsäure bei $85^\circ C.$)

Durch Einwirkung von Salpeterschwefelsäure auf den Kohlenwasserstoff erhielt ich ein flüssiges Nitroproduct, welches beim Erhitzen explodirte, wahrscheinlich also ein Trinitro-*o*-diäthylbenzol. Jedoch

stand mir selbiges nur in geringer Menge zur Verfügung, so dass ich von einer weiteren Untersuchung absehen musste.

Tetrabrom-*o*-diäthylbenzol, $C_6(C_2H_5)_2Br_4$, krystallisirt aus Alkohol in farblosen, derben Prismen, welche bei $64.5^{\circ} C.$ schmelzen.

0.225 g des Salzes lieferten 0.374 g Bromsilber.

	Ber. für $C_{10}H_{10}Br_4$	Gefunden
Br	71.11	70.66 pCt.

646. A. W. Palmer: Ueber Pentamidotoluol.

(Vorläufige Mittheilung.)

(Eingegangen am 21. December.)

[Aus dem I. Berliner chemischen Laboratorium No. DCCXXVII.]

Um zu dem Pentamidotoluol zu gelangen, wurden zunächst die bisher unbekanntten Verbindungen, das Trinitrodibromtoluol $C_6 \cdot CH_3 \cdot (NO_2)_3Br_2$ und das Trinitrodiamidotoluol $C_6 \cdot CH_3 \cdot (NO_2)_3(NH)_2$ dargestellt, und dann letzteres durch Reduction mittelst Zinn und Salzsäure in das Chlorid des Pentamidotoluols übergeführt.

Trinitrodibromtoluol wurde erhalten durch Kochen des symmetrischen Dibromtoluols (Schmp. 39°) mit der 20fachen Gewichtsmenge einer Mischung von gleichen Volumen englischer Schwefelsäure und Salpetersäure (spec. Gew. 1.52). Es krystallisirt aus Alkohol in langen, schwach gelb gefärbten Prismen, welche bei $229-230^{\circ}$ schmelzen.

Stickstoffbestimmung:

0.4154 g Substanz gaben bei 14° und 761 mm Druck 39 ccm Stickstoff.	
	Theorie
N	10.91
	Versuch
	11.06 pCt.

Trinitrodiamidotoluol. Diese Verbindung entsteht aus dem eben beschriebenen Trinitrodibromtoluol, wenn man diese während 8 Stunden im Wasserbade unter Druck mit alkoholischem Ammoniak erhitzt. Das Reactionsproduct wurde abgesogen, mit kaltem Alkohol gewaschen und aus kochendem Alkohol umkrystallisirt. Es bildet kleine, gelbe Prismen vom Schmelzpunkt 222° .

Stickstoffbestimmung:

0.2019 g Substanz gaben bei 14° und 768 mm Druck 465 ccm Stickstoff.	
	Theorie
N	27.24
	Versuch
	27.38 pCt.

Pentamidotoluol. Trinitrodiamidotoluol wurde in der Kälte mit Zinn und Salzsäure reducirt. Aus der nahezu entfärbten Lösung