

63. A. Voswinkel: Ueber das Paradiäthylbenzol.

[Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Bonn.]

(Eingegangen am 8. Februar; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Fittig und König¹⁾ haben schon im Jahre 1867 das *p*-Diäthylbenzol aus *p*-Dibrombenzol nach der Fittig'schen Synthese erhalten und beschreiben davon die Monosulfosäure nebst einigen Salzen derselben und ein Trinitroderivat. Sodann hat Aschenbrandt²⁾ den Kohlenwasserstoff in gleicher Weise dargestellt und weitere monosulfosaure Salze untersucht.

Fittig und König geben den Siedepunkt zu 178—179° C. an, während Aschenbrandt denselben zu 181—182° C. festgestellt hat. Anschütz und Immendorff³⁾ haben die Bildung von Meta- und Para-Diäthylbenzol bei der Einwirkung von Aluminiumchlorid auf Aethylbenzol nachgewiesen. Ich habe das *p*-Diäthylbenzol⁴⁾ neben der Meta-Verbindung in grösserer Menge nach der Friedel-Crafts'schen Synthese erhalten. Wie bereits mitgetheilt, lässt sich das sehr leicht lösliche *p*-diäthylsulfosaure Baryum von dem ziemlich schwer löslichen Baryumsalz der *m*-Diäthylbenzolsulfosäure trennen. Ersteres Salz führte ich in die Cadmiumverbindung über und gewann hieraus in der üblichen Weise den Kohlenwasserstoff.

Paradiäthylbenzol, $C_6H_4C_2H_5 \cdot C_2H_5$, siedet bei 182—183° C. Es ist eine das Licht verhältnissmässig stark brechende Flüssigkeit von angenehmem, aromatischem Geruch und einem specifischen Gewicht von 0.8622 bei $\frac{18^0}{4^0}$.

Bei —20° wird der Kohlenwasserstoff nicht fest. Mit Pikrinsäure verbindet sich derselbe nicht.

0.402 g lieferten bei der Verbrennung 1.316 Kohlensäure = 0.359 Kohlenstoff und 0.377 Wasser = 0.0418 Wasserstoff.

	Ber. für $C_{10}H_{14}$	Gefunden
C	89.58	89.30 pCt.
H	10.44	10.39 »

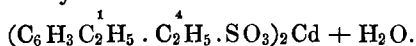
Durch Kochen mit verdünnter Salpetersäure wird das *p*-Diäthylbenzol zu *p*-Aethylbenzoësäure und Terephtalsäure oxydirt.

¹⁾ Ann. Chem. Pharm. 144, 285.

²⁾ Ann. Chem. Pharm. 216, 211.

³⁾ Diese Berichte XVIII, 661.

⁴⁾ Diese Berichte XXI, 2829.

p-Diäthylbenzolsulfosaures Cadmium,

Dieses Salz ist durch grosse Krystallisationsfähigkeit ausgezeichnet. Dasselbe krystallisirt in farblosen, flachen Prismen mit einem Molekül Krystallwasser.

0.321 g des lufttrockenen Salzes verloren beim Erhitzen auf 100—110° C. 0.01 g Krystallwasser.

Ber. für $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{S}_2\text{O}_6\text{Cd} + \text{H}_2\text{O}$	Gefunden
H_2O 3.23	3.11 pCt.

0.270 g lieferten 0.061 g CdS = 0.0536 g Cd.

Berechnet	Gefunden
Cd 20.14	19.85 pCt.

Es eignet sich obiges Salz ganz besonders zur Trennung der Para- und Meta-Diäthylbenzolsulfosäure, insofern das Cadmiumsalz der Meta-Verbindung in Wasser sehr leicht löslich ist und schlecht krystallisirt. Wie Fittig und König konnte auch ich das Baryumsalz nur als eine amorphe, schmierige Masse erhalten, während Aschenbrandt dasselbe als gut krystallisirten Körper erhalten haben will.

p-Diäthylbenzolsulfamid, $\text{C}_6\text{H}_3\text{C}_2\text{H}_5^1 \cdot \text{C}_2\text{H}_5^4 \cdot \text{SO}_2\text{NH}_2$.

Dasselbe krystallisirt aus verdünntem Alkohol in mikroskopisch kleinen, farblosen Nadeln, welche zu Büscheln vereinigt sind und bei 85° C. schmelzen.

Tetrabrom-*p*-Diäthylbenzol, $\text{C}_6\text{C}_2\text{H}_5^1 \cdot \text{C}_2\text{H}_5^4 \cdot \text{Br}_4$.

Krystallisirt aus Alkohol in gut ausgebildeten Nadeln, welche bei 112° schmelzen.

0.315 g des Salzes lieferten 0.525 g Bromsilber = 0.223 g Brom.

Ber. für $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{Br}_4$	Gefunden
Br 71.11	70.79 pCt.

Nitro-*p*-Diäthylbenzol, $\text{C}_6\text{H}_3\text{C}_2\text{H}_5^1 \cdot \text{C}_2\text{H}_5^4 \cdot \text{NO}_2$.

Durch Eintröpfeln des Kohlenwasserstoffes in durch Eis gekühlte rauchende Salpetersäure erhalten. Unter theilweiser Zersetzung siedet dasselbe bei 155° C. und 23 mm Druck (Temperatur des Bades 180°) und destillirt als eine hellbraun gefärbte, schwere Flüssigkeit.

Amido-*p*-Diäthylbenzol, $\text{C}_6\text{H}_3\text{C}_2\text{H}_5^1 \cdot \text{C}_2\text{H}_5^4 \cdot \text{NH}_2$.

Durch Reduction mittelst Essigsäure und Eisen aus dem Nitroderivat dargestellt. Es destillirt bei 140—142° C., 20 mm Druck

(Temperatur des Bades 165° C.) als eine hellgelb gefärbte Flüssigkeit von schwach alkalischer Reaction.

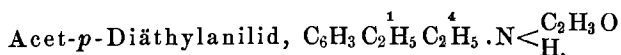
Das salzsaure Salz dieses Amids krystallisirt aus Wasser in langen, verfilzten, farblosen Nadeln, welche sich nach kurzer Zeit an der Luft rothbraun färben.

0.321 g lieferten bei 754 mm Druck und bei 10° C. 19.8 cem Stickstoff.

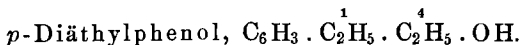
Ber. für C ₁₀ H ₁₆ NCl	Gefunden
N 7.52	7.31 pCt.

0.390 g des Salzes lieferten 0.30 g Chlorsilber = 0.075 g Chlor.

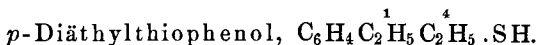
Berechnet	Gefunden
Cl 19.35	18.93 pCt.



Durch Kochen des Amids mit Eisessig gewonnen, krystallisirt aus verdünntem Alkohol in farblosen, mit einander verwachsenen Blättchen, welche bei 99° C. schmelzen.



Durch Kalischmelze aus der Sulfonsäure dargestellt. Dasselbe destillirt bei 126—127° C., 17 mm Druck (Temperatur des Bades 140°) als eine schwach gelb gefärbte Flüssigkeit, welche schwerer wie Wasser ist und bei —20° C. nicht erstarrt. In kaltem Wasser ist es wenig löslich und besitzen diese Lösungen den bezeichnenden Phenolgeruch und einen brennenden Geschmack. Eisenchloridlösung verursacht keine Färbung, während durch Bromwasser eine weisse Fällung veranlasst wird.



Aus dem Sulfochlorid durch Behandeln mit Zinkstaub und Reduction des sulfinsauren Zinks mittelst nascirendem Wasserstoff erhalten.

Bei 113° C. und 18 mm Druck (Temperatur des Bades 135°) geht dasselbe als eine fast farblose Flüssigkeit von höchst unangenehmem, knoblauchartigem Geruch über.