

	Soda aus Diamant.	Gewöhnl. Soda.
$\nu$	$\mu_1$	$\mu_2$
32	158.1	158.3
64	170.1	171.2
128	184.0	185.1
256	196.3	196.3
512	207.6	208.0

Wie aus dem Vorhergehenden ersichtlich, ist die aus Diamant erhaltene Soda mit der gewöhnlichen in jeder Hinsicht identisch befunden.

Heidelberg, Universitätslaboratorium.

### 382. Michael Senkowski: Ueber Trimethylphenylmethan und dessen Derivate.

[Vorgelegt der Akademie der Wissenschaften in Krakau.]

(Eingegangen am 18. Juli.)

Von den vier theoretisch möglichen Butylbenzolen ist das tertiäre Butylbenzol zweifelsohne das interessanteste, da es der erste in der Reihe der gesättigten aromatischen Kohlenwasserstoffe ist, welche ein quaternäres, unmittelbar an die Phenylgruppe angelagertes Kohlenstoffatom haben. Diesen Kohlenwasserstoff wollte zum ersten Male M. E. Gossin durch Einwirkung von Isobutylchlorid auf Benzol in Gegenwart von Aluminiumchlorid darstellen<sup>1)</sup>, aber die Resultate des Versuches entsprachen nicht seiner Erwartung. Er erhielt zwar einen bei 166—167° siedenden Kohlenwasserstoff von der Zusammensetzung C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>, hielt ihn aber für identisch mit dem nach der Fittig'schen Methode durch Einwirkung von Natrium auf ein Gemisch von Isobutyljodid und Brombenzol dargestellten Isobutylbenzol. Nur die geringe Menge eines bei 152—155° siedenden Kohlenwasserstoffes, welchen Gossin bei der erwähnten Synthese als Nebenproduct erhalten haben will, hielt er für das tertiäre Butylbenzol. Bei der Wiederholung der Arbeit von Gossin hatte jedoch Schramm die Bildung dieses Kohlenwasserstoffes nicht bestätigt<sup>2)</sup>, auch ich habe denselben nicht zu isoliren vermocht, wiewohl ich die Synthese in ziemlich grossem Maasstabe ausgeführt habe. Es war unzweifelhaft das

<sup>1)</sup> Bull. soc. chim. 41, 446.

<sup>2)</sup> Monatshefte IX, 614.

Isopropylbenzol, welches aus dem das Isobutylalkohol verunreinigenden normalen Propylalkohol erhalten worden ist. Diese von Gossin ausgeführte Synthese des Isobutylbenzols wäre widersprechend mit den Arbeiten von Gustavson<sup>1)</sup>, M. Silva<sup>2)</sup>, Kekulé und Schrötter<sup>3)</sup> über die moleculare Umlagerung bei der Einwirkung des Aluminiumchlorids auf eine Mischung von normalem Propylchlorid oder Bromid mit Benzol. Erst nähere Untersuchungen von Schramm über die Eigenschaften des Gossin'schen Butylbenzols bewiesen, dass es ganz verschieden ist sowohl von dem nach der Fittig'schen Methode dargestellten, als auch von den zwei anderen bisher bekannten Butylbenzolen, dem normalen und secundären<sup>2)</sup>).

Zur Ermittlung der Structur dieses Butylbenzols hatte Schramm durch Einwirkung von Aluminiumchlorid auf ein Gemisch von Benzol mit dem tertiären Butylchlorid das tertiäre Butylbenzol dargestellt. Gemäss seiner Anschauung über die Einwirkungsweise von Aluminiumchlorid auf die Alkylchloride sollte nämlich das tertiäre Butylchlorid keine moleculare Umlagerung erleiden, so dass sich unter diesen Bedingungen das tertiäre Butylbenzol bilden müsste. Das erhaltene Product war in der That vollkommen identisch mit dem Gossin'schen Butylbenzol, was entschieden dafür spricht, dass dieser Kohlenwasserstoff das Trimethylphenylmethan ist.

#### Darstellungsweise des Trimethylphenylmethans.

Die Synthese wurde in einem mit Eis sorgfältig gekühlten Kolben ausgeführt unter jedesmaliger Anwendung von 200 g Aluminiumchlorid, 200 g Isobutylchlorid und 600 g Benzol. Das zur Synthese angewandte Isobutylchlorid wurde durch Erhitzen des mit Chlorwasserstoff gesättigten und mit höchst concentrirter Salzsäure versetzten Isobutylalkohols in verschlossenen Gefässen auf 100° dargestellt. Nach den Arbeiten von Freund erhält man dabei ein Gemisch von Isobutylchlorid mit dem tertiären Butylchlorid, was aber keinen Einfluss auf den weiteren Gang der Synthese hat, da die beiden Chloride mit Aluminiumchlorid und Benzol ein und dasselbe Product geben. Im Verlaufe der Synthese wurde darauf geachtet, dass die Temperatur nicht über 4° C. steigt, die Reaction dauerte zwar längere Zeit (gegen 2 Tage), aber die Ausbeute betrug 70 pCt. der theoretischen Menge. In höheren Temperaturen nimmt nämlich, wie Schramm bewiesen hatte, die Ausbeute sehr rasch ab, so dass man schon bei 25—30° kein Butylbenzol mehr bekommt, nur bedeutende Mengen von Butylen neben einer gelben, klebrigen Flüssigkeit. Nach beendigter Einwirkung

<sup>1)</sup> Diese Berichte XI, 1251.

<sup>2)</sup> Bull. soc. chim. 43, 317.

<sup>3)</sup> Diese Berichte XII, 2280.

wurde der Inhalt des Kolbens in mit Eisstückchen versetztes Wasser gegossen, die ausgeschiedenen Kohlenwasserstoffe mit Wasserdampf überdestillirt, mit Wasser gewaschen und fractionirt. Ausser dem bei 167—168° siedenden Trimethylphenylmethan wurden aus den höher siedenden Antheilen noch drei neue Kohlenwasserstoffe ausgesondert, welche unten beschrieben werden werden. Um das Trimethylphenylmethan chemisch rein zu erhalten, habe ich seine totale Unempfindlichkeit gegen das Sonnenlicht ausgenutzt, indem ich das rohe Product im Sonnenlichte so lange mit Brom tropfenweise versetzte, bis sich die Flüssigkeit dauernd roth färbte. Das tertiäre Butylbenzol wurde unter diesen Bedingungen kaum durch Brom verändert, während alle etwaigen Verunreinigungen, wie Aethyl-, Propyl-, Amylbenzol u. a., die aus den entsprechenden Verunreinigungen des Isobutylalkohols entstehen könnten, durch Brom in der Seitenkette substituirt und leicht weggeschafft werden konnten. Das Product wurde nämlich alsdann mit Kalilauge und Wasser gewaschen, getrocknet und schliesslich über metallischem Natrium destillirt.

Merkwürdig ist die Menge des dazu verbrauchten Broms. 700 g des Kohlenwasserstoffes haben gegen 100 g Brom entfärbt, ungeachtet, dass die Materialien (Benzol und Butylalkohol) in sehr reinem Zustande angewandt wurden. Es ist möglich, obwohl nicht bewiesen, dass das Trimethylphenylmethan etwas secundäres Butylbenzol enthält, welches bei der Einwirkung von Brom im Licht empfindlich ist. Es konnte sich aus dem vielleicht im Isobutylalkohol enthaltenen normalen Butylalkohol gebildet haben.

Auf solche Weise habe ich über 700 g eines chemisch reinen Productes erhalten, welches bei 167—167.5° siedete. Um die chemischen Eigenschaften desselben näher zu untersuchen, habe ich es der Einwirkung der Salpeter- und Schwefelsäure unterworfen und zugleich auch die aus den Nitroverbindungen und der Sulfonsäure entstandenen Amine, das Phenol und dessen Alkylester untersucht.

#### I. Einwirkung der Salpetersäure auf das Trimethylphenylmethan.

Zu 400 g des mit Wasser gekühlten Kohlenwasserstoffes wurde rauchende Salpetersäure so lange zugesetzt, bis die Anfangs gebildeten zwei Schichten zusammenflossen. In viel Wasser gegossen schied sich aus der homogenen Flüssigkeit ein gelber, ölig, nach Cymol riechender Körper aus, welcher durch sorgfältiges Fractioniren sich in zwei verschiedene Producte theilen liess, nämlich in ein niedriger siedendes flüssiges und ein höher siedendes festes. Aller Wahrscheinlichkeit nach wurden zwei isomere Verbindungen gebildet, von denen die flüssige der Ortho- und die starre der Parareihe angehört. Einen entscheidenden Beweis kann ich nicht vorführen, da die einzige Be-

stimmungsweise der relativen Lage der Seitenketten, nämlich die Oxydation der kohlenstoffhaltenden Seitenkette und die Vergleichung der somit entstandenen substituirten Benzoë Säuren sich für alle bisher bekannten Verbindungen des Trimethylphenylmethans völlig unbrauchbar zeigte, da sie sich entweder gar nicht oxydiren oder völlig zu Kohlensäure und Wasser verbrannt werden. Nur nach der Analogie der entsprechenden Toluolverbindungen kann die relative Lage der Seitenketten vorausgesetzt werden; wenn ich daher in vorliegender Abhandlung diese und andere Verbindungen entsprechend bezeichne, so soll es nur einen Werth der Wahrscheinlichkeit besitzen.

a) Ortho-nitrophenyltrimethylmethan,  $C_6H_4 \left\langle \begin{matrix} NO_2 \\ C(CH_3)_3 \end{matrix} \right. (1:2)$ ,

ist eine gelbe, ölarartige Flüssigkeit, die bei  $15^\circ$  das spec. Gew. 1.074 besitzt und bei 247.4—248.4 (B = 737.8 mm) siedet. Es löst sich nicht in Wasser, leicht aber in Aether, Alkohol und Benzol. Sein Geruch ist eigenthümlich an Cymol erinnernd.

Die Stickstoffbestimmung lieferte folgende Resultate:

0.2651 g Substanz lieferten 18.9 ccm Stickstoff bei  $t = 16.2^\circ$ , B = 740.6 mm; entsprechend 8.1 pCt. Stickstoff statt 7.82 pCt.

Orthoamidophenyltrimethylmethan,  $C_6H_4 \left\langle \begin{matrix} NH_2 \\ C(CH_3)_3 \end{matrix} \right. (1:2)$ .

60 g Zinn wurden mit Salzsäure übergossen und zu der erwärmten Mischung nach und nach 30 g der Nitroverbindung zugesetzt. Als die stürmische Reaction zu Ende war, wurde die Lösung mit Wasser verdünnt, Zinn mit Schwefelwasserstoff ausgeschieden, worauf nach dem Abdampfen zur Krystallisation die Base mit Kalilauge als ein braunes Oel abgeschieden und durch Destillation gereinigt wurde.

Orthophenylamidotrimethylmethan ist eine ölige, wasserhelle, stark lichtbrechende Flüssigkeit, die an der Luft bald einen rothen Stich bekommt. Sein spec. Gewicht bei  $15^\circ$  ist 0.9769, der Siedepunkt liegt bei 233—235°.

Bei der Stickstoffbestimmung lieferten 0.1903 g Substanz 16.3 ccm Stickstoff bei  $t = 20.6^\circ$ , B = 732.2 mm; entsprechend 9.42 pCt. Stickstoff statt 9.39 pCt.

Seine Salze sind im Allgemeinen schwer löslich in kaltem Wasser, krystallisiren sehr leicht und schön aus der wässrigen Lösung und verändern sich nicht an der Luft.

Das Sulfat löst sich in Wasser am schwersten, krystallisirt daraus in Platten.

0.1991 g Substanz lieferten 0.1169 g Baryumsulfat entsprechend 24.59 pCt. Schwefelsäure.  $(C_{10}H_{15}N)_2H_2SO_4$  verlangt 24.75 pCt.

Das Chlorhydrat krystallisirt in kleinen Nadelchen.

0.1982 g desselben lieferten 0.1534 g Chlorsilber entsprechend 19.76 pCt. Salzsäure.  $C_{10}H_{15}N.HCl$  verlangt 19.76 pCt.

Das Nitrat löst sich in Wasser am leichtesten, krystallisirt daraus ähnlich dem Chlorhydrate.

0.1513 g Substanz lieferten 18.3 ccm Stickstoff bei  $t = 19.7^{\circ}$ ,  $B = 722.9$  mm; entsprechend 13.48 pCt. Stickstoff statt 13.21 pCt.

Das Platinchloriddoppelsalz fällt nach Zusatz von Platinchlorid zur wässrigen Lösung des Chlorhydrates. Es ist ein gelber, krystallinischer, in Wasser unlöslicher Niederschlag.

0.1153 g Substanz lieferten nach dem Ausglühen 0.0316 g Platin entsprechend 27.40 pCt.

Die Formel  $(C_{10}H_{15}N.HCl)_2PtCl_4$  verlangt 27.44 pCt. Platin.

Ausserdem habe ich noch das Acetylderivat,  $C_6H_4 < \begin{matrix} NHOC_2H_3 \\ C(CH_3)_3 \end{matrix}$ , (1:2) durch Erhitzen der Base mit Essigsäureanhydrid dargestellt. Nach dem Abdestilliren des Ueberschusses des letzteren wurde die krystallinisch erstarrte Masse mit Benzol ausgezogen. Das Acetylderivat ist leicht löslich in Benzol, woraus es in langen, sternförmig gruppirten Nadeln krystallisirt. Es schmilzt bei  $159^{\circ}$ .

Die Analyse lieferte folgende Resultate:

0.2080 g Substanz gaben 14.2 ccm Stickstoff bei  $t = 18.5^{\circ}$ ,  $B = 736.5$  mm; entsprechend 7.77 pCt. Stickstoff statt 7.33 pCt.

b) Paranitrophenyltrimethylmethan,  $C_6H_4 < \begin{matrix} NO_2 \\ C(CH_3)_3 \end{matrix}$  (1:4).

Scheidet sich aus den letzten Fractionen schon bei der ersten Destillation des Rohproductes als ein fester Körper aus und kann durch Absaugen auf Thonplatten leicht gereinigt werden. Es krystallisirt aus Alkohol in gelben Nadeln, die bei  $30^{\circ}$  schmelzen und bei  $274.6-275^{\circ}$  ( $B = 737.8$  mm) sieden.

Bei der Stickstoffbestimmung lieferten 0.3920 g Substanz 28.5 ccm Stickstoff bei  $t = 19.2^{\circ}$ ,  $B = 740.4$  mm; entsprechend 8.14 pCt. Stickstoff statt 7.82 pCt.

Paraamidophenyltrimethylmethan;  $C_6H_4 < \begin{matrix} NH_2 \\ C(CH_3)_3 \end{matrix}$  (1:4).

70 g der Nitroverbindung wurden mit Zinn und Salzsäure in analoger Weise wie das Orthoderivat reducirt. Das erhaltene Amin ist dem vorherbeschriebenen sehr ähnlich. Es besitzt bei  $15^{\circ}$  ein spec. Gewicht 0.9525 und siedet bei  $239.4-240.4^{\circ}$  ( $B = 739.2$  mm).

Die Analyse gab folgende Resultate:

0.2674 g Substanz lieferten 23.3 ccm Stickstoff bei  $t = 20.2^{\circ}$ ,  $B = 732.2$  mm; entsprechend 9.44 pCt. Stickstoff statt 9.39 pCt

Seine Salze sind den vorhergehenden sehr ähnlich, nur etwas schwerer in Wasser löslich.

Das Sulfat krystallisirt aus Wasser in langen, farblosen, seiden-glänzenden Nadeln.

0.2403 g desselben lieferten 0.1418 g Baryumsulfat, entsprechend 24.81 pCt. Schwefelsäure statt 24.75 pCt., berechnet für  $(C_{10}H_{15}N)_2H_2SO_4$ .

Das Chlorhydrat krystallisirt in Nadelchen.

0.2251 g Substanz gaben 0.1717 g Chlorsilber entsprechend 19.67 pCt. Salzsäure, was der Formel  $C_{10}H_{15}N \cdot HCl$  genau entspricht.

Das Nitrat ist in Wasser am leichtesten löslich.

0.1890 g Substanz gaben 23.4 ccm Stickstoff bei  $t = 20.3^\circ$ ,  $B = 732.3$  mm; entsprechend 13.63 pCt. Stickstoff statt 13.21 pCt., berechnet für  $C_{10}H_{15}N \cdot HNO_3$ .

Das Platinchloriddoppelsalz ist in Wasser löslich und krystallisirt daraus in Nadelchen.

0.1890 g Substanz lieferten 0.0380 g Platin; entsprechend 27.49 pCt. Platin statt 27.44 pCt., berechnet für  $(C_{10}H_{15}N \cdot HCl)_2PtCl_4$ .

Ausser den Salzen erhielt ich auch aus dem Paraamin das Acetylderivat. Dasselbe krystallisirt aus Benzol in langen platten Nadeln, welche bei  $172^\circ$  schmelzen.

Die Analyse desselben lieferte folgende Resultate:

0.3167 g Substanz gaben 21.4 ccm Stickstoff bei  $t = 16.5$ ;  $B = 739.2$  mm entspr. 7.65 pCt. Stickstoff statt 7.33 pCt. Berechnet für  $C_6H_4 \begin{matrix} < NHO C_2H_3 \\ C(CH_3)_3 \end{matrix}$ .

Die Farbenreactionen der beiden Amine sind wenig charakteristisch. Eine Spur des Amins in Schwefelsäure gelöst färbt sich mit einem Tropfen Kaliumbichromatlösung grün. Die durch die Ortho-Verbindung hervorgebrachte Färbung hat einen Stich ins Blaue. Mit Eisenchlorid färben sich die beiden Amine pomeranzengelb.

Mit Chlorkalklösung färben sie sich gar nicht, und in concentrirter Lösung geben sie blutrothe Niederschläge.

## II. Einwirkung der Schwefelsäure auf Trimethylphenylmethan.

Parasulfosäure,  $C_6H_4 \begin{matrix} < SO_3H \\ C(CH_3)_3 \end{matrix}$  (1:4). Der Kohlenwasserstoff wurde in einem Kolben mit rauchender Schwefelsäure von  $77^\circ$  B. unter Abkühlen so lange versetzt, bis er sich vollkommen gelöst hatte. Der Inhalt des Kolbens wurde alsdann mit Wasser verdünnt, mit Calciumhydroxyd versetzt, von Gyps abfiltrirt und die Calciumsalzlösung der Krystallisation überlassen. Um die freie Sulfosäure zu erhalten, wurde das Calciumsalz mit der berechneten Menge verdünnter Schwefelsäure versetzt, vom Calciumsulfat abfiltrirt und zur Syrupconsistenz abgedampft, hierauf die Säure mit Aether extrahirt. Nach dem Abdampfen der ätherischen Lösung wurde eine syrupartige, farblose Flüssigkeit erhalten, die über Schwefelsäure gelassen zu einem weissen krystallinischen Körper erstarrte, welcher bei  $62-63^\circ$  schmolz.

Die Säure löst sich sehr leicht in Wasser, zieht begierig atmosphärische Feuchtigkeit an und giebt mit Metallen Salze, von denen ich folgende dargestellt habe:

Sulfosaures Kalium,  $C_6H_4 < \begin{matrix} SO_3K \\ C(CH_3)_3 \end{matrix} + H_2O$ . Es löst sich schwer im kalten Wasser und Alkohol, dagegen leicht beim Erwärmen und krystallisirt aus Wasser in Blättern, die ein Molekül Krystallwasser enthalten.

0.6360 g Substanz verloren bei 200° 0.0435 g an Gewicht und lieferten nach dem Ausglühen, Benetzen mit Schwefelsäure und nochmaligem Ausglühen 0.2035 g Kaliumsulfat.

Diese Zahlen entsprechen:

$H_2O$  6.85 statt 6.66 pCt.  
 $K_2O$  17.29 statt 17.46

Sulfosaures Calcium,  $(C_{10}H_{13}SO_3)_2Ca + 4H_2O$ , noch schwerer löslich in kaltem Wasser und Alkohol, krystallisirt aus Wasser in Blättern, welche 4 Molekeln Krystallwasser enthalten.

Die Analyse lieferte:

$H_2O$  13.01 anstatt 13.39 pCt.  
 $CaO$  10.19 anstatt 10.41 »

*p*-Phenol,  $C_6H_4 < \begin{matrix} OH \\ C(CH_3)_3 \end{matrix}$  (1 : 4).

Sulfosaures Kalium wurde mit einem Ueberschuss von Aetzkali in einer Nickelschale geschmolzen, das Product in Wasser gelöst und mit Salzsäure versetzt. Das Phenol schied sich als Oel aus, das aber bald erstarrte. Durch Destillation gereinigt bildet es einen weissen krystallinischen Körper, welcher einen charakteristischen, an Juchtenleder erinnernden Geruch besitzt. Es schmilzt bei 98.5° und siedet bei 238—239° (B = 737 mm). Gegen 100° sublimirt es in schönen langen Nadeln.

Die Elementaranalyse lieferte:

0.1290 g Substanz gaben 0.3768 g Kohlensäure und 0.1103 g Wasser entsprechend:

Kohlenstoff 79.68 anstatt 80 pCt.  
 Wasserstoff 9.50 anstatt 9.33 »

Dieses Phenol löst sich sehr schwer in kaltem Wasser, etwas leichter in heissem und sehr leicht in Alkohol, Aether und den Alkalien. Es ist eine schwache Säure, bildet mit den Alkalien Salze, die sich aber schon unter Einwirkung der Kohlensäure zersetzen. Mit concentrirter Schwefelsäure und Kaliumnitrit färbt es sich braun und nach einiger Zeit schmutzig grün. Dasselbe Phenol wurde auch auf einem anderen Wege erhalten, nämlich aus dem Paraamin vermittle der Gries'schen Reaction. Zu diesem Zwecke wurde das

Amin in der doppelten Menge verdünnter Schwefelsäure gelöst, mit Wasser stark verdünnt und mit der berechneten Menge der Kaliumnitritlösung versetzt. Die in dieser Weise erhaltene Lösung des schwefelsauren Diazophenyltrimethylmethans wurde durch Kochen zersetzt und das erhaltene Phenol als völlig identisch mit dem aus der Sulfonsäure erhaltenen erkannt. Somit gehören das Phenol und die Sulfonsäure der Parareihe an, denn sie entsprechen der festen Nitroverbindung.

Es ist eine charakteristische Thatsache, dass durch die Einwirkung der Schwefelsäure auf das Trimethylphenylmethan sich nur eine Sulfonsäure bildet, eine andere wurde nicht gefunden. In dieser Hinsicht unterscheidet es sich von allen anderen aromatischen Kohlenwasserstoffen, die der Toluolreihe angehören.

Die Phenolester des *p*-Oxyphenyltrimethylmethans.

Das Phenolkalium wurde mit einem Ueberschusse von Alkyljodid in alkoholischer Lösung mehrere Stunden lang erhitzt, vom ausgeschiedenen Jodkalium abfiltrirt und nach Verdampfen des Alkohols der Ester mit Wasser gewaschen und destillirt.

Der Methylester,  $C_6H_4 < \begin{matrix} OCH_3 \\ C(CH_3)_3 \end{matrix}$  (1:4), ist eine farblose, angenehm riechende Flüssigkeit, die bei 15° das spezifische Gewicht 0.9439 besitzt und bei 221.4—222.4° (B = 730.5 mm) siedet.

Die Elementaranalyse lieferte:

0.1222 g Substanz gaben 0.3604 g Kohlensäure und 0.1065 g Wasser, entsprechend:

Kohlenstoff 80.40 statt 80.49 pCt.

Wasserstoff 9.68 statt 9.76 »

Der Aethylester ist dem vorherigen sehr ähnlich, besitzt ein spezifisches Gewicht 0.9331 bei 15° und siedet bei 233—233.6° (B = 730.5 mm).

0.1329 g desselben lieferten 0.3604 g Kohlensäure und 0.1065 g Wasser, entsprechend:

Kohlenstoff 80.58 statt 80.89 pCt.

Wasserstoff 10.34 statt 10.11 »

Aus den höher siedenden Antheilen, die bei der Synthese des Trimethylphenylmethans geblieben sind, wurden noch drei neue Kohlenwasserstoffe isolirt, von denen zwei krystallinische Körper, der dritte dagegen flüssig ist. Einen von den festen Kohlenwasserstoffen erwähnt bereits Schramm in seiner Mittheilung »Ueber die molecularen Umlagerungen bei der Einwirkung von Aluminiumchlorid«<sup>1)</sup>, beschrieb aber dort nicht näher dessen Eigenschaften.

<sup>1)</sup> Monatsh. für Chem. 9, 614.

Tertiäres Dibutylbenzol,  $C_6H_4 \begin{matrix} \nearrow C(CH_3)_3 \\ \searrow C(CH_3)_3 \end{matrix}$ . Es scheidet sich aus dem zwischen  $227-240^\circ$  siedenden Antheile in Gestalt schöner monokliner Säulen aus. Es schmilzt bei  $70^\circ$  und siedet bei  $235-235.5^\circ$  (Barom. = 736.5 mm). In Alkohol ist es leicht löslich.

Die Elementaranalyse lieferte:

Kohlenstoff 88.17 anstatt 88.42 pCt.  
Wasserstoff 11.87 anstatt 11.50 »

Die Dampfdichtebestimmung wurde im V. Meyer'schen Apparate bei etwa  $300^\circ$  ausgeführt und gab nachstehende Resultate:

S = 0.1083 g; V = 14.5 ccm; t =  $21^\circ$ ; B = 732.5 mm.  
Daraus D gefunden = 6.62; D berechnet = 6.58.

Tertiäres Tributylbenzol,  $C_6H_3 \begin{matrix} \nearrow C(CH_3)_3 \\ \searrow C(CH_3)_3 \\ \swarrow C(CH_3)_3 \end{matrix}$ . Es scheidet sich aus dem im Destillationskolben gebliebenen Antheile aus, der über  $260^\circ$  siedet. Es ist sehr schwer in kaltem Alkohol löslich, leicht dagegen in heissem und krystallisirt daraus in Schuppen die bei  $128^\circ$  schmelzen und bei  $291-292^\circ$  (B = 736.6 mm) siedend.

Die Elementaranalyse lieferte:

Kohlenstoff 87.62 anstatt 87.80 pCt.  
Wasserstoff 12.43 anstatt 12.20 »

Die Dampfdichte wurde bei ca.  $350^\circ$  bestimmt. s = 0.1130 g; V = 11.6 cm; t =  $21^\circ$ ; B = 732.5 mm.

Daraus D gefunden = 8.63; D berechnet = 8.51.

Der flüssige Kohlenwasserstoff siedet gegen  $227-230^\circ$ , konnte also von dem oben beschriebenen festen Dibutylbenzol durch fractionirte Destillation nicht befreit werden.

---

Schliesslich sei es mir hier erlaubt, meinem verehrten Lehrer, Hrn. Prof. Dr. Br. Radziszewski, der während der Arbeit mir seinen werthvollen Rath zu Theil werden liess, meinen herzlichsten Dank auszusprechen.

Chemisches Universitätslaboratorium zu Lemberg.

---