

Bildung von Terphenyl aus *p*-Diphenyl-diazoniumsulfat und Benzol.

22 g ($\frac{1}{10}$ Mol.) aus Eisessig umkrystallisiertes *p*-Amino-diphenyl-Sulfat¹¹⁾ werden in 100 g Eisessig und 10 g konz. Schwefelsäure heiß gelöst und durch rasches Abkühlen unter Rühren fein verteilt ausgefällt, mit 12 g Amylnitrit diazotiert, wobei erst nach 2 Stdn. alles Sulfat als Diazoniumsalz in Lösung gegangen ist. Alsdann werden 30 ccm thiophen-freies Benzol mit 10 g Eis-Ameisensäure hinzugefügt und unter sorgfältiger Kühlung mit Eis die unter stürmischer Gasentwicklung verlaufende Zersetzung mit Kupferpulver ausgeführt. Nun wird durch Wasserdampf-Destillation das entstandene Diphenyl (4 g trocknes Rohprodukt) abgetrieben. Der Rückstand der Dampfdestillation wird bis zur schwach sauren Reaktion neutralisiert, das Kupferpulver samt dem sich bildenden Niederschlag abgesaugt, sorgfältig bis zum Verschwinden der sauren Reaktion mit Wasser gewaschen. Die getrocknete, in der Wärme plastische Masse wird 1 Tag im »Soxhlet« mit Benzol extrahiert, wobei sie pulverig wird, so daß nun die Sublimation im Vakuum bei 14 mm im Kempf'schen Apparat vorgenommen werden kann. Zwischen 160–180° gehen 0,05 g praktisch reines Terphenyl vom Schmp. 268° über, bis 350° noch 0,1 g eines Sublimats, aus dem durch fraktionierte Sublimation im Hochvakuum¹²⁾ noch 0,05 g Terphenyl und bloß 0,02 g Quaterphenyl isoliert werden. Der Benzol-Extrakt ergibt nach dem Eindunsten, Aufnahme in Essigester und Fällen mit absol. Alkohol 0,5 g eines Niederschlages, aus dem weiter 0,1 g Terphenyl durch Vakuum-Sublimation gewonnen werden. Endlich liefert noch die Essigester-Alkohol-Mutterlauge nach Klärung mit Tierkohle bei der Destillation nochmals 0,1 g Terphenyl. Somit sind als Hauptprodukt der Reaktion 4 g Rohdiphenyl, ferner 0,3 g reines Terphenyl und 0,02 g Quaterphenyl isoliert worden.

¹¹⁾ W. Schlenk, A. 368, 303 [1909].

¹²⁾ vergl. die voranstehende Mitteilung.

140. R. O. Herzog und G. Lundberg: Bemerkung zu unserer Mitteilung: »Über Veresterung und Mercerisation der Cellulose«¹⁾.

[Aus d. Kaiser-Wilhelm-Institut f. Faserstoff-Chemie in Berlin-Dahlem.]

(Eingegangen am 20. Februar 1924.)

Abschnitt 1 der angeführten Mitteilung könnte in dem Sinne mißverstanden werden, als gelänge es nicht, Cellulose unter Erhaltung der Faserstruktur zu acetylieren usw. Dies ist möglich²⁾; z. B. erhält man bei Acetylierung nach Vorschrift des D. R. P. 184 201 Acetyl-cellulose, deren Röntgen-Aufnahme ein — wenig zu Streifen degeneriertes — Punktdiagramm liefert. In unserer Veröffentlichung sollte nur erwähnt werden, daß wir Monoacetate, -benzoate usw. nicht erhalten konnten, weil die weitergehende Veresterung in der Reaktionsschicht schneller vor sich geht, als die Umsetzung zum Monoester in die Tiefe der Faser fortschreitet.

¹⁾ B. 57, 329 [1924].

²⁾ siehe l. c. Anm. 7.