

Einige physikalische Eigenschaften des Benzoylbromids

Von

V. Gutmann und K. Utvary

Aus dem Institut für Anorganische und Allgemeine Chemie
der Technischen Hochschule Wien

Mit 2 Abbildungen

(Eingegangen am 17. Dezember 1957)

Im Bereich von $+10^{\circ}$ bis $+40^{\circ}$ werden Dichte, Viskosität, Leitfähigkeit und Dielektrizitätskonstante von reinem Benzoylbromid bestimmt.

Zahlreiche anorganische Chloride, die in wäßriger Lösung der Hydrolyse unterliegen, bilden in verschiedenen wasserfreien Säurechloriden elektrisch leitende Lösungen¹. Die bis jetzt untersuchten Lösungsmittel für wasserfreie anorganische Bromide — Quecksilber(II)-bromid², Jodbromid³, Aluminiumbromid⁴, Arsentribromid⁵ und Antimontribromid⁶ — sind bei Raumtemperatur fest. Nachdem sich wasserfreies Benzoylchlorid als ionisierendes Solvens vor allem für Metallchloride erwies⁷, war es nahelegend zu untersuchen, ob das bei 20° C flüssige Benzoylbromid sich als Lösungsmittel für Bromide bewähren würde.

Tabelle 1. Bisher bekannte physikalische Eigenschaften
des Benzoylbromids⁸

| | |
|-----------------------------|--------------|
| Schmelzpunkt | + 8,1° |
| Siedepunkt (741 Torr) | + 215,0° |
| Dichte bei 20° | 1,5461 g/ccm |
| n_D^{20} | 1,5900 |
| Dipolmoment in Benzol | 3,37 Debye |

¹ V. Gutmann, Svensk Kemisk Tidskr. **68**, 1 (1956).

² G. Jander und K. Brodersen, Z. anorg. Chem. **261**, 261 (1950); **262**, 33 (1950).

³ V. Gutmann, Mh. Chem. **82**, 156 (1951).

⁴ G. Jander und W. Zschaage, Z. anorg. Chem. **272**, 53 (1953).

⁵ G. Jander und K. F. Günther, Private Mitteilung.

⁶ G. Jander, Private Mitteilung.

⁷ V. Gutmann und H. Tannenberger, Mh. Chem. **88**, 216 (1957).

⁸ G. T. O. Martin und J. R. Partington, J. chem. Soc. **1936**, 1178.

Vorversuche haben ergeben, daß sich wasserfreie Metallbromide in Benzoylbromid unter Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit lösen. Es wurden daher diejenigen noch unbekanntenen physikalischen Eigenschaften des Benzoylbromids bestimmt, die zur quantitativen Auswertung von Leitfähigkeits- und EMK-Messungen erforderlich sind (Tab. 2 und Abb. 1).

Tabelle 2. Dichte, Viskosität, Leitfähigkeit und Dielektrizitätskonstante von Benzoylbromid

| Temperatur (°C) | Dichte (g/ccm) | Viskosität (cP) | Leitfähigkeit ($\times 10^{-8}$ rez. Ohm) | DK |
|-----------------|----------------|-----------------|--|-------|
| 10,0 | 1,5564 | 2,334 | 4,35 | 22,54 |
| 15,0 | 1,5516 | 2,142 | 5,46 | 21,92 |
| 20,0 | 1,5467 | 1,956 | 6,05 | 21,33 |
| 25,0 | 1,5416 | 1,798 | 5,97 | 20,74 |
| 30,0 | 1,5368 | 1,652 | 5,50 | 20,17 |
| 35,0 | 1,5319 | 1,532 | 4,89 | 19,63 |
| 40,0 | 1,5270 | 1,432 | — | 19,09 |

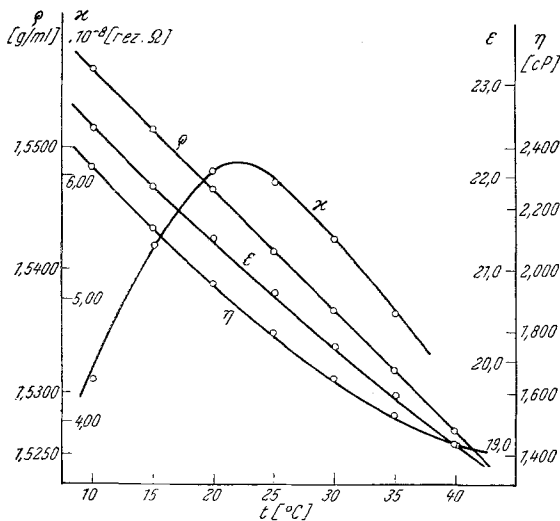


Abb. 1. Graphische Darstellung der Meßergebnisse in Abhängigkeit von der Temperatur: ρ Dichte, κ Spezifische Leitfähigkeit, ϵ Dielektrizitätskonstante, η Viskosität

Experimenteller Teil

Benzoylbromid: Das aus Benzoesäure und Phosphortribromid⁹ erhaltene Rohprodukt wurde fünfmal in einer Atmosphäre von sorgfältig getrocknetem Reinst-Stickstoff destilliert und bei jeder Destillation die bei 12 Torr zwischen 90° und 95° übergehende Fraktion gesammelt. Da Benzoylbromid unzersetzt längere Zeit nicht haltbar ist, wurde vor jeder Messung das Lösungs-

⁹ L. Claisen, Ber. dtsh. chem. Ges. **14**, 2473 (1881).

mittel frisch und — soweit möglich — sofort in die entsprechende Meßzelle destilliert.

Dichte: Als Füllgefäß wurde eine Apparatur benützt, wie sie ähnlich von *Martin* und *Partington*⁸ beschrieben wurde. Das Benzoylbromid wurde unter vermindertem Druck in das Gefäß *A* (siehe Abb. 2) eindestilliert, die Kappe *B*

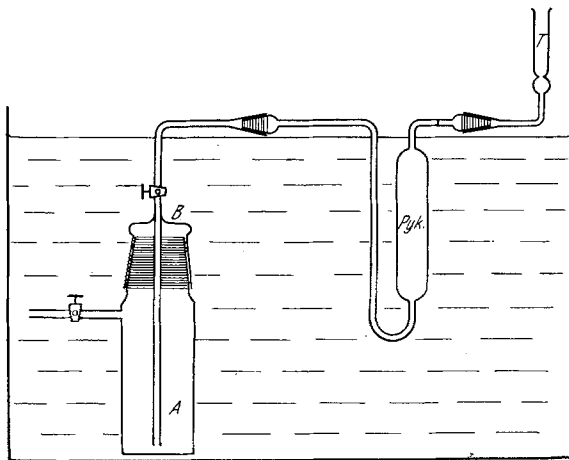


Abb. 2. Anordnung zur Messung der Dichte des wasserfreien Benzoylbromids

aufgesetzt und in einer Trockenkammer in einer Atmosphäre von wasserfreiem N_2 mit dem Pyknometer verbunden. Nach dem Füllen des Pyknometers wurde die Anordnung in den Thermostaten eingebracht.

Viskosität: Gemessen wurde mit einem *Ubbelohde*-Viskosimeter (Kapillare I, $k = 0,01$), dessen Öffnungen mit drei kleinen Trockenröhrchen (Phosphor-pentoxydfüllung) versehen waren. Vor der Bestimmung wurde das Viskosimeter mit trockenem Stickstoff gefüllt und in der Trockenkammer das frisch destillierte Benzoylbromid eingefüllt. Die in Tab. 2 angegebenen Werte sind Mittelwerte von je fünf Messungen.

Eigenleitfähigkeit: Die mit blanken Platinelektroden ausgestattete Meßzelle (Zellenkonstante $1,007 \cdot 10^{-1}$) wurde als Vorlage an die Destillationsapparatur angeschlossen, das Gerät mit trockenem Stickstoff gefüllt und vor jeder Messung das Benzoylbromid direkt in die Zelle destilliert. Der Widerstand wurde mit einer *Philips*-Leitfähigkeitsbrücke GM 4249/01 gemessen.

Dielektrizitätskonstante: Die trockene DK-Zelle wurde unter ständigem Spülen mit trockenem N_2 mit Benzoylbromid gefüllt. Die angegebenen Werte sind Mittelwerte von drei voneinander unabhängigen Meßreihen. Gemessen wurde mit einem Dielkometer mit akustischem Abgleich der Fa. Hardt (Düsseldorf).