

Letzterer erwies sich durch Schmelzpunkt und Reactionen identisch mit Tetramethyldiamidodiphenylmethan.

Das neben der Base gebildete Sulfon ist β -Naphtyldimethyldiamidophenylsulfon.

Die Analysen gaben folgende Zahlen:

	Berechnet	Gefunden
C	69.45 pCt.	69.70 pCt.
H	5.46 -	5.51 -
S	10.28 -	10.19 -

Die Verbindung ist leicht löslich in Alkohol und Aether; beim Erhitzen mit Salzsäure auf 180° wird sie in Chlormethyl, Anilin und Schwefelsäure gespalten. Durch Reduction mit Zink und Salzsäure wurde Dimethylanilin und β -Naphtylsulfhydrats erhalten. Den Schmelzpunkt des letzteren fanden wir in Uebereinstimmung mit Billeter bei 75° C.

Bei der Einwirkung von rauchender Salpetersäure auf das β -Sulfon findet ebenfalls eine Spaltung in Pentanitrodimethylanilin und Nitronaphtalinsulfonsäure statt; ersteres wurde durch seinen Schmelzpunkt als solches charakterisirt. Die neben dem Pentanitrodimethylanilin auftretende Säure ist ebenfalls β -Nitronaphtalinsulfosäure und wurde als solche durch die Schmelzpunktbestimmung ihres Chlorids und Amids charakterisirt.

452. Wilhelm Michler und Karl Meyer: Verhalten von Sulfochloriden zu Aminen.

III. Mittheilung.

(Eingegangen am 15. August.)

Wie der Eine ¹⁾ von uns früher mitgetheilt hat, entsteht bei der Einwirkung von Benzolsulfochlorid auf Dimethylanilin neben einem blauen Farbstoff ein indifferentes Sulfon und ein basischer Körper. Mittlerweile ist diese Reaction auch von Hrn. H. Hassencamp ²⁾, der, wie es scheint, von genannten Versuch keine Kenntniss hatte, zum Gegenstand der Untersuchung gemacht worden. Hr. Hassencamp hat das hiebei als Hauptprodukt auftretende Sulfon, sowie die krystallisirte Base übersehen und soviel aus seiner vorläufigen Mittheilung hervorgeht, glaubt er als Hauptprodukt Methylviolet erhalten zu haben. Nach unsern Versuchen bildet sich jedoch der Farbstoff immer nur in geringer Quantität; auch bei Abänderung der Quantitätsverhältnisse bei der Einwirkung der beiden Agentien wurde das Resultat nur unwesentlich modificirt.

¹⁾ Diese Berichte X, 1742.

²⁾ Diese Berichte XII, 1275.

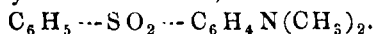
Unser Versuch ist folgender:

Dimethylanilin (2 Mol.) wurde auf dem Wasserbade erwärmt und in kleinen Portionen Benzolsulfochlorid (1 Mol.) zugesetzt. Die Reaction beider Körper erfolgt sofort. Nachdem alles Benzolsulfochlorid zugesetzt war, wurde noch kurze Zeit auf dem Wasserbade erwärmt; hierauf wurde mit Ammoniak übersättigt und das Dimethylanilin mit Wasserdämpfen abdestillirt. Der halbfeste Rückstand wurde mit Salzsäure ausgezogen und erstarrte nach kurzem Stehen zu einer krystallinischen Masse. Der salzsaure Auszug enthielt einen basischen Körper gelöst, derselbe wurde mit Ammoniak niedergeschlagen und wiederholt aus Alkohol umkrystallisirt. Schmelzpunkt und sonstige Eigenschaften liessen keinen Zweifel übrig, dass wir Tetramethyldiamidodiphenylmethan in Händen hatten. Die Analyse gab folgende Zahlen:

	Berechnet	Gefunden
C	80.32 pCt.	80.00 pCt.
H	8.66 -	8.81 -

Der in Salzsäure unlösliche Rückstand wurde mehrmals als Alkohol umkrystallisirt. Es haftet demselben sehr hartnäckig eine geringe Spur eines blauen Farbstoffs an, welche erst durch wiederholtes Umkrystallisiren aus Alkohol entfernt werden kann; man erhält alsdann den Körper in weissen Nadeln, deren Schmelzpunkt bei 82° C. liegt.

Die Analysen dieses Körpers stimmen auf die Formel eines Diphenyldimethylamidossulfons,



	Berechnet	Gefunden
C	64.36 pCt.	64.23 pCt.
H	5.74 -	5.78 -

Derselbe ist unlöslich in Wasser, leicht löslich in Alkohol, Aether und Benzol, durch Erhitzen mit Salzsäure auf 180° wird er in Benzol, Chlormethyl und Anilin gespalten; bei der Reduction mit Zink und Schwefelsäure zerfällt er glatt in Benzolsulphydrat und Dimethylanilin; ersteres wurde durch seinen Siedepunkt und Ueberführung in das Bisulfid als solches nachgewiesen; letzteres durch seinen Siedepunkt.

Bei der Einwirkung von rauchender Salpetersäure auf das Sulfon findet ebenfalls eine Spaltung des Sulfonmoleküls statt. Es entsteht hierbei Pentanitrodimethylanilin und die drei von Limpricht beschriebenen Nitrobenzolsulfosäuren. Die Nitrirung sowie die weitere Behandlung des Reactionsprodukts wurde ganz genau in derselben Weise ausgeführt, wie dies in der vorhergehenden Abhandlung bei der Nitrirung der entsprechenden Naphtylverbindung angegeben ist.

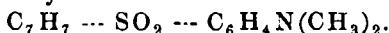
Das Pentanitrodimethylanilin zeigte genau den Schmelzpunkt 127° C., wie er auch für das auf anderem Wege erhaltene Pentanitrodimethylanilin gefunden wurde; auch die Verbrennungen gaben für diesen Körper gut stimmende Zahlen:

	Berechnet	Gefunden
C	27.74 pCt.	27.59 pCt.
H	1.73 -	1.70 - .

Es schien uns noch von Interesse, das Verhalten des Pentanitrodimethylanilins zu Reductionsmitteln kennen zu lernen. Beim Behandeln desselben mit Zinn und Salzsäure löst es sich sofort auf. Nach dem Ausfällen des Zinns erhält man eine klare Lösung, die jedoch beim Eindampfen (auch im Schwefelwasserstoffstrom) schwarze Krusten absetzt, dieselben bestehen aus einer stickstoff- und wasserstoffhaltenden Kohle; ausserdem enthält der Rückstand nach dem Eindampfen noch Chlorammonium und salzsaures Dimethylamin.

(Para-) Toluolsulfochlorid und Dimethylanilin.

Bei der Einwirkung dieser beiden Agentien treten dieselben Erscheinungen auf, welche bei der Einwirkung des Benzolsulfochlorids auf Dimethylanilin angegeben sind. Neben einem blauen Farbstoff und einer basischen Verbindung ist das Hauptprodukt ein Tolyldimethylamidophenylsulfon:



Die Analyse gab folgende Zahlen:

	Berechnet	Gefunden
C	65.45 pCt.	65.40 pCt.
H	6.18 -	6.29 - .

Die Verbindung ist leicht löslich in Alkohol und Aether; sie schmilzt bei 95° C. Durch Salzsäure wird sie bei einer Temperatur von 180° in Toluol, Schwefelsäure, Chlormethyl und Anilin gespalten. Bei der Reduction mit Zink und Schwefelsäure liefert sie Dimethylanilin und Toluolsulfohydrat.

Bei der Behandlung mit rauchender Salpetersäure liefert sie ein gut krystallisirtes, dreifach nitrirtes Sulfon, welches aus Alkohol in weissgelben Nadeln krystallisirt.

453. H. F. Morley: Ueber die Einwirkung der salpetrigen Säure auf Mono- und Diaethyldiphenyldiamin.

[Aus dem chem. Laborat. der Akad. der Wissenschaften in München.]

(Eingegangen am 30. August.)

Zur Vervollständigung der Kenntnisse der Nitrosoverbindungen hielt es Hr. Prof. Baeyer für wünschenswerth, auch die Nitroso-derivate complicirterer Basen darzustellen und deren Verhalten zu stu-