

229. A. Michaelis: Ueber Phosphorsulfobromid.

(Eingegangen am 7. Octbr.; verlesen in der Sitzung von Hrn. Liebermann.)

Gelegentlich einer Untersuchung über die Einwirkung von Brom auf dreifach Schwefelphosphor, erhielt ich unter anderen Producten auch Phosphorsulfobromid, und da die Eigenschaften dieses Körpers von dem, was bis jetzt darüber bekannt war, sehr abweichen, so theile ich meine Beobachtungen hier mit, mir die Beschreibung der Einwirkung überhaupt und der anderen dabei entstehenden Producte auf eine spätere Abhandlung vorbehaltend.

Baudrimont*), derjenige Chemiker, welcher das Phosphorsulfobromid (PBr^3S) zuerst dargestellt hat, giebt davon an, dass dasselbe eine „gelbe, sehr dichte Masse von ekelregerendem Geruch sei“, nach meinen Beobachtungen ist es aber vielleicht eine der schönsten Phosphorverbindungen.

Es bildet gelbe Octaeder, die aus einer Lösung in Phosphorbromür leicht gut ausgebildet erhalten werden können, hat einen aromatisch stechenden, die Augen heftig reizenden Geruch und schmilzt bei $35^{\circ}C$. Ist es einmal geschmolzen, so bleibt es lange Zeit flüssig — in kleineren Mengen tagelang — erstarrt aber sofort, wenn es mit einem festen Körper berührt wird. Destilliren lässt sich das Phosphorsulfobromid nicht, indem es sich unter Abscheidung von Schwefel und Bildung eines eigenthümlichen flüchtigen Products zersetzt, welches ich später beschreiben werde. In Aether, Schwefelkohlenstoff, Phosphorbromür und -chlorür ist es leicht löslich, mit Wasser, selbst mit siedendem zersetzt es sich, aber nur äusserst langsam** und zwar unter Entwicklung von Schwefelwasserstoff, Abscheidung von Schwefel und Bildung von Phosphorsäure und phosphoriger Säure. Mit Ammoniak zersetzt es sich in der Kälte schwierig, in der Hitze leicht unter Bildung derselben Producte, die bei der Zersetzung mit Wasser entstehen, nur dass der Schwefel sich natürlich allmählig in dem gebildeten Schwefelammonium löst. Mit Phosphorsuperchlorid setzt es sich einfach um, indem Phosphorsulfochlorid und Phosphorsuperbromid entstehen:



Will man Phosphorsulfobromid auf die von Baudrimont angegebene Weise, nämlich durch Einwirkung von Schwefelwasserstoff auf Phosphorsuperbromid darstellen, so muss man, um dasselbe rein zu bekommen, das erhaltene Product wiederholt mit Wasser behandeln, um eingeschlossenes Phosphorsuperbromid zu entfernen, dann zwischen Fließpapier abpressen und nun in Schwefelkohlenstoff lösen. Nach-

*) Compt. rend. I, 111, 517.

**) Auch Phosphorsulfochlorid zersetzt sich ziemlich schwierig, mit Wasser wenigstens, vollständig, es ist dasselbe theilweise mit den Wasserdämpfen flüchtig.

dem man dieser Lösung durch einige Stückchen Chlorcalcium das Wasser völlig entzogen hat, erhält man durch Verdunsten des Schwefelkohlenstoffs das Sulfobromid als krystallinische Masse.

Ueber die Einwirkung auf Schwefelsäure, bei der eine Bromschwefelsäure zu entstehen scheint, sowie über die Einwirkung auf absoluten Alkohol werde ich später weiteres mittheilen.

Karlsruhe, Laboratorium des Polytechnicums, 4. October 1871.

230. Rud. Boettger und Theodor Petersen: Notiz über künstliches Alizarin.

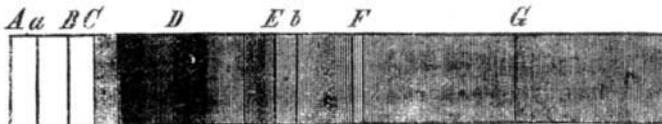
(Verlesen in der Sitzung von Hrn. Liebermann.)

Hr. C. Liebermann hat in einer Bemerkung zu unserem Aufsätze „über einige Stickstoffverbindungen des Anthrachinons“*) bezweifelt, dass das von uns beschriebene Diamidoanthrachinon und dessen azotirte Abkömmlinge in der Kalischmelze Alizarin liefern. Wiederholten Versuchen gemäss müssen wir unsere Behauptung entschieden aufrecht erhalten, da von uns derart gewonnene und natürlich gehörig gereinigte Präparate in jeder Beziehung sich als reinstes Alizarin erwiesen. Mehrere Analysen bestätigten die Richtigkeit unserer Annahme.

Wir haben auch das Absorptionsspectrum unseres Alizarins mit demjenigen anderer künstlicher Alizarine und des natürlichen verglichen und die genaueste Uebereinstimmung gefunden.

Bei dem Versuch wurde das von einem Spiegel reflectirte Sonnenlicht durch eine Cylinderlinse auf den Spalt des Spectroskops concentrirt, nachdem es, der Vorschrift von Stokes entsprechend, eine sehr verdünnte Auflösung von Alizarin in kalischem Alkohol passirt hatte.

Das von uns beobachtete Absorptionsspectrum des Alizarins (vergl. auch Perkin, Ann. d. Chem. u. Pharm. CLVIII. 319) zeigte nur im Roth, beiläufig von Linie *A* bis *C* keine Absorption.



Das Absorptionsband hinter *D* ist etwa $\frac{1}{3}$ breiter, aber nicht ganz so dunkel, wie das bei *C*. Auch wir beobachteten vor *E* ein schwaches Absorptionsband, vor *F* endlich eine sehr schwache, in der allgemeinen Dunkelheit sich verlierende Schattirung.

Die in unserem Sonnenspectrum kaum zu erkennende Linie *A*

*) Diese Berichte 1871. 226 u. 230.