

Kohlenwasserstoffen des amerikanischen Petroleums beobachtete Eigenthümlichkeiten finden hierdurch eine genügende Erklärung.

Beim Behandeln des rohen (amerikanischen) Petroleumheptaus mit Salpetersäure haben wir eine ansehnliche Menge reinen Heptans zurückerhalten. Es blieb aber beim Destilliren noch sehr viel hochsiedendes Produkt zurück, aus welchem wir durch Fraktioniren einen grösstentheils bei 195—200^o übergelenden Antheil abschieden, der sich als stickstoffhaltig erwies. Durch Zinnchlorür wurde dieser Antheil nur wenig angegriffen. Nach der Behandlung mit Zinnchlorür destillirte er grösstentheils bei 193—197^o und besass ein specifisches Gewicht = 0.9369 bei 19^o. Seine Zusammensetzung entsprach der Formel $C_7H_{15}NO_2$.

	Berechnet	Gefunden
C	57.9	58.3 pCt.
H	10.4	10.6 -
N	9.7	10.4 - .

Das amerikanische Petroleum lieferte demnach bei der Einwirkung von Salpetersäure ebenfalls Nitrokörper ganz wie das kaukasische Oel vom gleichen Siedepunkte. Während aber dieses uns einen Körper der Aethylenreihe, $C_6H_{11}NO_2$, gab, lieferte das amerikanische Oel einen Körper aus der Grenzreihe $C_7H_{15}NO_2$.

Der Körper $C_7H_{15}NO_2$ löst sich anscheinend unzersetzt in concentrirter warmer Kalilauge.

478. Charles G. Moot: Ueber die Einwirkung des Jods auf Phosphortrichlorid.

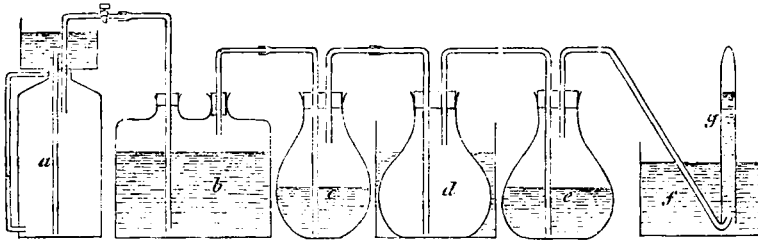
[Aus dem chem. Laboratorium des Polytechnikums zu Delft.]

(Eingegangen am 5. November; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Wenn man Jod mit Phosphortrichlorid mischt, färbt sich die Flüssigkeit rothbraun bis violett, während ein Theil des Jods gelöst wird. Lässt man diese Flüssigkeit mit feuchter Luft in Berührung, so wird eine gelbrothe Substanz abgeschieden, die, von der überstehenden Flüssigkeit getrennt und mit Wasser gewaschen, ein gelbes Pulver giebt. Das Waschwasser enthält Phosphorige-, Salz- und Jodwasserstoffsäure.

Leitet man längere Zeit einen Strom von trockner Luft durch die Lösung des Jods in Phosphortrichlorid, so findet keine Veränderung in dieser Flüssigkeit statt, wohl aber, wenn man anstatt trockner Luft einen Strom von feuchter Luft anwendet. Die Flüssigkeit entfärbt sich, wie oben angegeben ist. Diesen Versuch habe ich in fol-

gender Weise wiederholt, um zu entscheiden, ob es die Feuchtigkeit, oder der Sauerstoff der Luft ist, welche diese Veränderung verursachen:



a Luftgasometer zur Erzeugung eines Luftstromes.

b Woulf'sche Flasche mit Wasser, um die Luft mit Wasserdampf zu sättigen.

c Kolben mit der Lösung von Jod in Phosphortrichlorid.

d Kolben, der durch Salzsäure und Glaubersalz abgekühlt wird.

e Kolben zum Theil mit Wasser gefüllt.

f Gefäß mit Quecksilber worin die Eudiometerröhre *g* steht.

Der feuchte Luftstrom, welcher durch die Jod enthaltende Flüssigkeit strömt, nimmt einen Theil des freien Phosphortrichlorids mit in den Kolben *d*, worin es condensirt wird. Die übrigbleibenden, nicht condensirten Gase streichen durch den Kolben *e* und gelangen nachher durch die dreimal gebogene Röhre *f* in die Eudiometerröhre *g*. Wenn nicht alles Phosphorchlorür condensirt wird, wird es vom Wasser des Kolbens *e* zersetzt. Nach dem Versuch hatte denn auch das Wasser eine saure Reaktion und enthielt phosphorige Säure und Salzsäure. Ein Theil der Gase hatte sich in der Eudiometerröhre über Quecksilber gesammelt. 174.5 ccm der Röhre wurden vom Gase eingenommen. Hierzu fügte ich 70 ccm trocknes Wasserstoffgas und liess den elektrischen Funken durchschlagen. Es blieben 134 ccm Gas übrig. Wäre das Gas in der Eudiometerröhre vor dem Versuch reine Luft gewesen, so hätte ich nach dem Verbrennen des Knallgases 139.5 ccm Gas erhalten müssen. Meiner Meinung nach ist die Luft, welche aus dem Apparate strömte, noch mit ein wenig Dampf von Phosphorchlorür verunreinigt gewesen. Ein kräftiger Luftstrom muss durch den Apparat streichen, um den Druck der Flüssigkeiten in den Kolben und den des Quecksilbers in der Röhre *g* zu überwinden. Dieser reisst leicht etwas unzersetztes Phosphorchlorür durch das Wasser des Kolbens *e* über und gelangt dieses dann in die Eudiometerröhre.

Lässt man eine Lösung von Jod in Phosphorchlorür einige Tage stehen, so ist, wie bereits erwähnt ist, die Flüssigkeit entfärbt; sie

hat jedoch immer eine schwach braune Farbe, welche vom freien Jod herrührt. Giesst man diese Flüssigkeit von der gebildeten, gelbrothen Masse ab, vermengt sie aufs Neue mit Jod und lässt sie wieder mit feuchter Luft in Berührung, so wird nach einiger Zeit wieder eine neue Menge der gelbrothen Masse gebildet. Eine geringe Quantität Phosphorchlorür genügt, um eine grosse Menge Jod in die oben erwähnte Substanz überzuführen. Nimmt man sehr viel Jod und wenig Phosphorchlorür und überlässt diese Flüssigkeit einige Tage sich selbst, so erhält man eine feste Masse. Trocknet man diese Substanz in einem Luftstrom, um sie vom anhängenden Phosphorchlorür zu befreien und schüttelt nachher mit Schwefelkohlenstoff aus, so löst dieser fast Alles auf. Nach Verdunstung desselben erhält man eine grosse Menge schöner, rother, sechsseitiger Krystalle. In Berührung mit feuchter Luft werden sie zersetzt. Sie sind sehr hygroskopisch und müssen daher in zugeschmolzenen Glasröhren aufbewahrt werden. Mit Wasser in Berührung gebracht, werden sie zersetzt unter Bildung von Phosphoriger-, Chlorwasserstoff- und Jodwasserstoffsäure, während eine kleine Menge eines gelbrothen Stoffes zurückbleibt.

Die Analysen dieser Krystalle gaben folgende Zahlen:

0.6789 g der Substanz gaben 0.7708 g Jodsilber, worin 62.20 pCt. Jod; 0.2008 g phosphorsaure Ammonmagnesia, worin 8,2 pCt. Phosphor und 0.8400 g Chlorsilber, worin 26.40 pCt. Chlor.

Die Formel $\text{P Cl}_2 \text{J}$ verlangt:

	Berechnet	Gefunden
P	7.91	8.20 pCt.
Cl	27.20	26.40 -
J	64.89	62.20 - .

Die Substanz ist also Phosphorchlorürjodid. Wenn man Krystalle dieser Verbindung in einer Röhre erhitzt, so werden sie unter Bildung von freiem Jod zersetzt. Ich habe versucht die Dampfdichte dieser Verbindung zu bestimmen, doch wurde sie selbst beim vorsichtigsten Erhitzen im Anilindampf zersetzt.

Mit der Untersuchung des gelben, in Wasser unlöslichen, oben besprochenen Pulvers und der Eigenschaften des Phosphorchlorürjodids bin ich noch beschäftigt und hoffe später darüber Mittheilung machen zu können.

Delft, November 1880.