

**460. R. Nahsen: Ueber die Einwirkung von Chlorkohlensäureäther und Natriumamalgam auf Dijodthiophen.**

(Eingegangen am 15. August.)

Nachdem ich gezeigt hatte, dass man mittelst der Wurtz'schen Synthese im Stande ist, vom Monojodthiophen,  $C_4H_3JS$ , zu einer Thiophenmonocarbonsäure zu gelangen<sup>1)</sup>, habe ich es versucht, auf dem gleichen Wege das Dijodthiophen,  $C_4H_2J_2S$ , in eine Thiophendicarbonsäure überzuführen.

Dijodthiophen wurde mit dem gleichen Gewicht Chlorkohlensäureäther und überschüssigem einprocentigen Natriumamalgam mehrere Stunden lang erwärmt. Nach dieser Zeit befand sich über dem Quecksilber eine feste, braune Masse, die durch Zusatz von noch etwas Chlorkohlensäureäther und Toluol verflüssigt wurde, worauf das Erwärmen fortgesetzt wurde. Nach Beendigung der Reaction wurde mit Aether ausgezogen, der Aether verdunstet und das zurückbleibende Oel durch Kochen mit alkoholischem Kali verseift. Die alkalische Flüssigkeit wurde in Wasser gegossen, hierauf wurde mit Aether ausgeschüttelt und dann angesäuert. Es fiel ein braun gefärbter, harziger Niederschlag. Er wurde abfiltrirt, das Filtrat mit Aether ausgezogen und die nach dem Verjagen des Aethers zurückbleibende feste Masse, wie auch der zuerst erhaltene Niederschlag in kohlensaurem Ammon gelöst. Die vereinigten Lösungen wurden behufs Entfärbung mit Thierkohle gekocht, dann angesäuert, und die saure Flüssigkeit mit Wasserdampf destillirt.

Im Rückstand der Wasserdampfdestillation liessen sich nur Spuren einer festen Säure nachweisen, die entweder Jodthiophensäure,  $C_4H_2JS \cdot COOH$ , oder Thiophendicarbonsäure,  $C_4H_2S(COOH)_2$ , war.

Im Destillat hingegen wurde durch Extraction mit Aether ziemlich viel von einer festen Substanz erhalten, die zur weiteren Reinigung aus wenig heissem Wasser umkrystallisirt wurde. So wurden feine, weisse Kryställchen gewonnen, die den Schmelzpunkt  $124.5-125^\circ$  besaßen. Dies sprach dafür, dass die entstandene Substanz  $\beta$ -Thiophensäure war. Der Körper liess sich in ein schön krystallisirendes Silbersalz überführen, das die Zusammensetzung des thiophensauren Silbers besaß.

0.06065 g des Salzes lieferten 0.02803 g Silber.

	Gefunden	Ber. für $C_4H_3S \cdot COOAg$
Ag	46.22	45.93 pCt.

Das einzige Reactionsproduct, das sich bei der Einwirkung von Chlorkohlensäureäther und Natriumamalgam auf Dijodthiophen mit Sicherheit nachweisen lässt, ist also  $\beta$ -Thiophensäure.

Zürich, chemisch-analytisches Laboratorium des Polytechnikums.

<sup>1)</sup> Diese Berichte XVII, 2192.