

von Hrn. Kohlrausch angegebenen Federgalvanometers — Ampèremeters — wie es aus der Fabrik physikalischer Apparate von Hartmann und Braun in Bockenheim bei Frankfurt a. M. zu beziehen ist. Das Instrument erlaubt  $\frac{1}{20}$  Ampère abzulesen und reicht für unsere Zwecke bis 1 Ampère.

### 560. Fr. Rüdorff: Ueber Verbindungen des Arsen-trioxydes mit Jod- und Bromnatrium.

(Eingegangen am 23. October; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

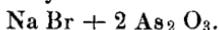
In diesen Berichten Bd. XIX, S. 2668 (1886) habe ich die Darstellung und Zusammensetzung einiger Verbindungen des Arsen-trioxydes mit Jod-, Brom- und Chlorkalium und Ammonium beschrieben. Im Verfolg der dort mitgetheilten Versuche gelang es mir einige der entsprechenden Natriumverbindungen zu erhalten.

#### Bromnatriumverbindung.

Wenn man in 350 ccm Wasser unter Erhitzen bis zum Sieden 20 g Arsen-trioxyd und 120 g Bromnatrium löst, die fast klare Lösung filtrirt und in derselben Weise, wie ich es in der früheren Mittheilung ausführlich beschrieben habe, langsam erkalten lässt, so krystallisirt an eingestellten Glasplatten die Verbindung. Dieselbe bedeckt die Glasplatten und zeigt unter dem Mikroskop die Form sechsseitiger Täfelchen. Dieselben sind weich und lassen sich leicht, selbst mit dem Finger, von der Glasplatte entfernen. Die Krystalle wurden auf der Glasplatte mit kaltem Wasser abgespült, zwischen Fliesspapier rasch abgepresst und nach dem Trocknen an der Luft abgekratzt. Sodann wurde die Verbindung fein pulverisirt und bei 130° bis zum constanten Gewicht getrocknet. Die Analyse der Verbindung ergab folgendes Resultat:

	Gefunden	Berechnet
As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	77.7	79.4 pCt.
Na Br	22.7	20.6 »
	100.4	100.0 pCt.

Das Ergebniss der Analyse führt zu der Formel:



Wie aber aus der unter »berechnet« angegebenen Zusammensetzung ersichtlich ist, hat die Analyse einen um 2.1 pCt. zu hohen

Gehalt an Bromnatrium ergeben. Dieser Ueberschuss erklärt sich indessen aus dem Umstande, dass die Verbindung aus einer Lösung krystallisirt ist, welche einen sehr beträchtlichen Ueberschuss an Bromnatrium enthält. Ohne einen solchen und zwar recht erheblichen Ueberschuss an Natriumsalz erhält man die Verbindung entweder gar nicht oder gemengt mit Oktaedern von Arsen trioxyd. Bringt man aber diesen Ueberschuss von 2.1 pCt. an Bromnatrium in Abzug und rechnet darnach die Resultate der Analyse um, so erhält man als die procentische Zusammensetzung der Verbindung die folgende:

	Gefunden	Berechnet
As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	79.6	79.4 pCt.
Na Br	20.7	20.6 «
	100.3	100.0 pCt.

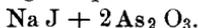
Die Verbindung wird beim Erwärmen mit Wasser zersetzt, Arsen trioxyd scheidet sich aus, schwimmt in Flocken in der Lösung, löst sich aber auch auf bei längerem Kochen. Aber aus dieser Lösung krystallisiren nur Octoeder von Arsen trioxyd, so dass ein Umkrystallisiren der Verbindung aus heisser Lösung nicht möglich ist.

#### Jodnatriumverbindung.

Zur Darstellung dieser Verbindung wurden 60 g Jodnatrium und 22 g Arsen trioxyd in 500 ccm Wasser unter Erwärmen gelöst. Die Lösung wurde in derselben Weise wie in früheren Fällen behandelt. Die eingesetzten Glasplatten waren nach 24stündigem Stehen mit einer Schicht sechsseitiger Täfelchen bedeckt, welche der Bromnatriumverbindung völlig gleich waren. Die Krystalle wurden pulverisirt und bei 130° getrocknet. Die Analyse ergab:

	Gefunden	Berechnet
As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	70.70	72.55 pCt.
Na J	28.52	27.45 »
	99.22	100.00 pCt.

Dieser Zusammensetzung entspricht die Formel:



Es haftet an den Krystallen freies Jodnatrium, da dieselben nur aus einer Lösung sich ausscheiden, welche einen grossen Ueberschuss dieses Salzes enthält.

Die Verbindung wird durch heisses Wasser zersetzt, bei längerem Kochen löst sich auch das sich zuerst flockig ausscheidende Arsen trioxyd auf. Aus der heissen Lösung krystallisirt beim Abkühlen nur Arsen trioxyd. Fügt man zur warmen Lösung 2 pCt. Natriumbicarbonat, so krystallisiren neben Arsen trioxyd auch sechsseitige Täfelchen der Verbindung und nach Zusatz von 4 pCt. des Carbonates nur sechsseitige Täfelchen der Verbindung aus.

Setzt man zu einer Lösung von Natriumarsenit (Lösung von Arsentrioxyd in Aetznatronlösung) eine hinreichende Menge Brom- oder Jodnatrium, so erhält man obige Verbindungen ebenfalls, aber durch anhaftendes Arsenit verunreinigt, welches durch oberflächliches Abspülen nicht entfernt werden kann, da die Krystalle Mutterlauge einschliessen.

Eine den obigen analoge Verbindung mit Chlornatrium zu erhalten, gelang mir nicht.

Charlottenburg, im September 1888.

### 561. S. Kapf und C. Paal: Ueber Derivate des Phenacylbenzoylessigäthers.

[Mittheilung aus dem chem. Institut der Universität Erlangen.]

(Eingegangen am 25. October; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

In unserer ersten Mittheilung<sup>1)</sup> berichteten wir über die Einwirkung kalter Kalilauge auf den Phenacylbenzoylessigäther. Die Verseifung vollzieht sich zum grösseren Theile unter Bildung äquimolecularer Mengen Benzoësäure und Benzoylpropionsäure, ausserdem beobachteten wir einen mehr oder minder beträchtlichen, ungelösten Rückstand, der einer Analyse zufolge Diphenacylbenzoylessigäther sein konnte (entstanden durch Einwirkung von Phenacylbromid auf Dinatriumbenzoylessigäther). Diese Vermuthung erwies sich jedoch als irrig. Bei näherer Untersuchung stellte sich die Substanz als ein Gemenge von unverseiftem Phenacylbenzoylessigäther mit dem Doppelketon »Diphenacyl« oder »Diphenyläthylendiketon« heraus, das schon von Nölting und Kohn<sup>2)</sup> und Claus und Werner<sup>3)</sup> mittelst der Friedel-Crafts'schen Methode, von Hollemann<sup>4)</sup> aus der Verbindung  $C_{16}H_{10}N_2O_4$  durch Reduction dargestellt worden ist. Diese Substanz liefert mit Hydroxylamin ein Dioxim, mit Phenylhydrazin ein Dihydrazon. Durch Behandlung mit wasserentziehenden Mitteln entsteht aus dem Diketon Diphenylfurfuran, mit Phosphorpentasulfid Diphenylthiophen, und durch Ammoniak wird es, wie kürzlich Hollemann (l. c.) gezeigt hat, in Diphenylpyrrol übergeführt. Die drei

<sup>1)</sup> Diese Berichte XXI, 1485.

<sup>2)</sup> Diese Berichte XIX, 146.

<sup>3)</sup> Diese Berichte XX, 1374.

<sup>4)</sup> Diese Berichte XX, 3359.