

hinterbleibende Masse zur besseren Charakterisierung in die Arsin-säure über, indem die Lösung in wenig *n*-Natronlauge mit Wasserstoffsperoxyd versetzt und darauf mit Salzsäure gefällt wurde. Es resultierten hübsche Blättchen, die sich durch den obengenannten Schmp. 179–180° und die Analyse als Anisyl-arsinsäure erwiesen.

0.1666 g Sbst.: 0.2215 g CO₂, 0.0594 g H₂O. — 0.2499 g Sbst.: 0.1665 g Mg₂As₂O₇.

C₇H₉O₄As (232). Ber. C 36.21, H 3.88, As 32.33.
Gef. » 36.26, » 3.99, » 32.17.

40. Karl Lederer: Über Quecksilberchlorid-Doppelsalze aromatischer Telluride.

(Eingegangen am 5. Januar 1914.)

Die aliphatischen Sulfide vereinigen sich mit Quecksilberchlorid zu gut krystallisierenden Doppelsalzen, während analoge Verbindungen der aliphatischen Selenide und Telluride nicht bekannt sind, auch wurden noch keine dahin zielenden Versuche unternommen.

Die aromatischen Sulfide scheinen dagegen mit Quecksilberchlorid keine Doppelsalze zu bilden. Versetzt man eine alkoholische Lösung von Quecksilberchlorid mit Diphenyl-sulfid, so bildet sich kein Niederschlag, während Platinchlorid einen schwachen Niederschlag liefern soll¹⁾, letztere Angabe kann ich aber nicht bestätigen. Versuche, ein Goldchlorid-Doppelsalz darzustellen, verliefen negativ. Versetzt man eine ätherische Lösung von Quecksilberchlorid mit Diphenyl-sulfid, so scheidet sich weder beim Kochen noch nach vierwöchentlichem Stehen der Lösung das Doppelsalz aus. Alle diese Versuche ergeben mit Diphenyl-selenid dieselben negativen Resultate, nur mit Goldchlorid entstand eine schwache Trübung.

Ganz anders verhalten sich die von mir dargestellten aromatischen Telluride; sie geben mit Quecksilberchlorid sofort gut krystallisierende beständige Doppelsalze. Auch mit Platinchlorid bilden sich Niederschläge, die nicht untersucht wurden. Diphenyl-tellurid gibt mit Goldchlorid ein Doppelsalz, das aber rasch schwarz wird, selbst wenn es vor Licht und Luft geschützt ist.

Versucht man es umzukrystallisieren, so zersetzt es sich, an den Wandungen des Gefäßes erscheint ein schöner Goldspiegel.

¹⁾ Beilstein II, 803.

Auch aus diesen Versuchen ersieht man, daß die aromatischen Telluride Eigenschaften aufweisen, die den Sulfiden und Seleniden in der aromatischen Reihe nicht mehr zukommen.

Experimenteller Teil.

Die aromatischen Telluride wurden in Äther gelöst und diese Lösung mit einer wäßrigen Lösung von Quecksilberchlorid gut geschüttelt. Die Doppelsalze bilden sich sofort, sie werden abgesaugt, getrocknet und umkrystallisiert.

Quecksilberchlorid-Doppelsalz des Diphenyl-tellurids.

Dieses Salz scheidet sich bei sehr langsamer Krystallisation aus Alkohol in Form langer, asbestartiger Fasern aus, die 5 Moleküle Krystallalkohol enthalten. Bei 115° sintert diese Substanz, bei 130° hat sich ein Harz gebildet.

0.1154 g Subst.: 0.1293 g CO₂, 0.0485 g H₂O. — 0.3975 g, 0.1794 g Subst.: 0.1740 g, 0.0654 g AgCl.

C₁₂H₁₀TeHgCl₂ + 5 C₂H₅OH. Ber. C 33.74, H 5.11, Cl 9.06.
Gef. » 33.58, » 5.11, » 9.13, 9.04.

Bei schneller Krystallisation krystallisiert das Doppelsalz aus Alkohol in Form schöner Nadeln, die bei 155° sintern und bei 158° schmelzen (I), aus Eisessig scheidet es sich gleichfalls in Form schöner Nadeln aus, die bei 160—161° schmelzen (II).

I. 0.1517 g Subst.: 0.1450 g CO₂, 0.0308 g H₂O. — 0.1858 g Subst.: 0.0965 g AgCl. — II. 0.1602 g Subst.: 0.1534 g CO₂, 0.0274 g H₂O. — 0.1943 g Subst.: 0.1017 g AgCl.

C₁₂H₁₀TeHgCl₂. Ber. C 26.06, H 1.80, Cl 12.85.
Gef. » 26.11, » 1.90, » 12.95.

Quecksilberchlorid-Doppelsalz des Di-*o*-tolyl-tellurids

krystallisiert sowohl aus Alkohol als auch aus Eisessig ohne Krystallmolekül in Form schöner, farbloser, prismatischer Nadeln, die bei 212° schmelzen; von 209° ab tritt Sintern ein.

Eisessig I. 0.1290 g Subst.: 0.1387 g CO₂, 0.0373 g H₂O. — 0.1839 g Subst.: 0.0926 g AgCl. — Alkohol II. 0.2011 g Subst.: 0.1003 g AgCl.

C₁₄H₁₄TeHgCl₂. Ber. C 28.84, H 2.41, Cl 12.40.
Gef. » 29.31, » 3.21, » I. 12.46, II. 12.34.

Quecksilberchlorid-Doppelsalz des Di-*p*-tolyl-tellurids.

Dieses Doppelsalz scheidet sich aus Alkohol in kleinen, verfilzten, haarfeinen Nadeln aus, die bei 135—136° schmelzen. Wie die Analyse ergibt, enthält diese Verbindung 6 Moleküle Krystallalkohol.

0.0639 g Sbst.: 0.0858 g CO₂, 0.0334 g H₂O. — 0.1875 g Sbst.: 0.0685 g Ag Cl.

C₁₄H₁₄TeHgCl₂ + 6 C₂H₅.OH. Ber. C 36.42, H 5.83, Cl 8.28.

Gef. » 36.61, » 5.80, » 8.29.

Aus Eisessig scheidet sich die Substanz in Form einer krystallinischen Masse aus, die sich sehr leicht gelb färbt. Sie schmilzt bei 132—133°, von 128° ab sintert sie. Die Analyse ergab, daß sich das Salz aus Eisessig mit 2 Krystallmolekülen Essigsäure ausscheidet.

0.1234 g Sbst.: 0.1562 g CO₂, 0.0399 g H₂O. — 0.1414 g Sbst.: 0.0536 g Ag Cl.

C₁₄H₁₄TeHgCl₂ + 3 CH₃.COOH. Ber. C 34.71, H 3.41, Cl 9.38.

Gef. » 34.52, » 3.59, » 9.38.

Die Kohlenstoff- und Wasserstoff-Bestimmungen wurden nach der Methode von Frankland und Duppa¹⁾ mit der Modifikation von Erdmann und Marchand²⁾ ausgeführt, die Chlor-Bestimmung dagegen nach der Kalkmethode. Die Methode von Carius versagte vollständig.

Brüssel, am 4. Januar 1914.

41. F. Kehrman und A. Danecki: Über die Jodide des Methyl-phenazoniums. I. Vorläufige Mitteilung über Chromoisomerie von Onium-Verbindungen.

(Eingegangen am 31. Dezember 1913.)

I. Versetzt man eine kalte, mäßig verdünnte wäßrige Lösung von frisch dargestelltem, festem Methyl-phenazonium-methylsulfat oder -nitrat mit einer konzentrierten wäßrigen Jodkalium-Lösung oder noch besser mit festem Jodkalium, so färbt sich die vorher citronengelbe Flüssigkeit orangerot und scheidet gleich darauf stahlblau reflektierende, dunkelbraunrote, flache Nadeln oder blättrige Formen eines Jodids in reichlicher Menge aus. Erwärmt man darauf, wenn nötig, unter Zusatz von etwas Wasser, so gehen die Krystalle mit rotgelber Farbe in Lösung und scheiden sich nachher während des Erkaltens unverändert wieder aus. Falls aus reinen Ausgangsmaterialien dargestellt, ist die Verbindung direkt rein. Das Salz läßt sich aus Wasser oder Alkohol unverändert umkrystallisieren. Die verdünnten Lösungen sind goldgelb, die konzentrierten mehr orange bis rotbraun gefärbt. Jod-Bestimmungen des gepulverten und bei 100° konstant getrockneten Salzes ergaben folgende Resultate:

¹⁾ Am. 130, 107.

²⁾ J. pr. [2] 31, 393.