Ueber die Darstellung von Rhodanammonium;

von

Julius Schulze.

Die zur vorstehenden Arbeit nöthigen Mengen Rhodanammonium stellte ich mir durch die Einwirkung von Ammoniak auf Schwefelkohlenstoff in alkoholischer Lösung dar und zwar nach den Angaben von Millon und in den Mengenverhältnissen der Substanzen wie sie Claus¹⁾ empfohlen hat. Ich habe hierbei gefunden, dass man statt der 3000 Thle. Alkohol und 3000 Thle. conc. Ammoniak, die man nach Claus zur Umsetzung von 700—800 Thle. Schwefelkohlenstoff nöthig hat, mit viel geringerer Menge von Alkohol und Ammoniak auskommt, ohne die Ausbeute herabzudrücken. Nach vielfachen Versuchen hat sich folgendes Verhältniss der Materialien am besten bewährt:

600 Grm. 95% Alkohol und 800 Grm. Ammoniak von 0,912 spec. Gew. zerlegen 350—400 Grm. Schwefelkohlenstoff, dabei erhält man immer 280 Grm. trocknes Rhodanammonium. Grössere Mengen von Alkohol und Ammoniak vermehren die Ausbeute in keiner Weise.

Dresden, im Mai 1883.

Ueber eine neue Bildungsweise des Anthracens;

von

O. Henzold.

Auf Veranlassung des Hrn. Prof. von Meyer habe ich die Einwirkung von Phosphorsäureanhydrid auf Benzyläthyl-

¹⁾ Ann. Chem. Pharm. **179**, 112.

äther studirt; es handelte sich um Prüfung der Frage, ob durch Abspaltung von Wasser der genannte Aether in Aethylen und Benzyliden zerlegt werde, welch' letzteres sich vermuthlich in das polymere Stilben umwandeln werde:

Bei der Wechselwirkung der beiden Körper entwickelt sich in der That reichlich Aethylen, jedoch übt das Phosphorsäureanhydrid, ausser der Abspaltung von Wasser, eine tiefer gehende, z. Thl. oxydirende Wirkung.

Erwärmt man ein Gemisch von Benzyläthyläther und Phosphorsäureanhydrid am Rückflusskühler, so tritt eine heftige Reaction ein; nachdem diese nachgelassen hat, erhitzt man stärker und destillirt das Produkt. Das halbfeste Destillat wird durch Absaugen von unzersetztem Benzyläther und einem Oel, dessen Natur noch nicht festgestellt ist, befreit, sodann mehrmals aus Eisessig umkrystallisirt und schliesslich durch vorsichtige Sublimation gereinigt. So dargestellt, bildet der Körper zarte, glänzende monokline Blättchen, welche, aus Benzol umkrystallisirt, bei 208° schmelzen.

0,2056 Grm. dieser Substanz gaben 0,1112 Grm. H_2O , entspr. 6,01 pCt. H, und 0,708 Grm. CO_2 , entspr. 94,00 pCt. C.

Diese Zahlen führen auf eine Verbindung: $\text{C}_{14}\text{H}_{10}$ welche enthält 94,35 pCt. C und 5,65 pCt. H.

Ein Vergleich dieses Körpers mit sublimirtem, reinem Anthracen (aus Steinkohlentheer), sowie der aus beiden Proben dargestellten Pikrinsäureverbindungen ergab völlige Uebereinstimmung.

Ein weiterer Beweis dafür, dass die aus dem Benzyläthyläther hervorgegangene Verbindung Anthracen ist, wurde durch Oxydation derselben zu Anthrachinon (mittels Chromsäure in Eisessiglösung) erbracht. Das sorgfältig gereinigte, in Nadeln von 273° Schmelztemperatur krystallisirende Produkt erwies sich als identisch mit Anthrachinon, hatte auch die Zusammensetzung desselben:

0,1618 Grm. lieferten 0,0598 Grm. H_2O = 4,07 pCt. H und 0,4773 Grm. CO_2 = 80,45 pCt. C. Das Anthrachinon enthält 3,85 pCt. H und 80,75 pCt. C.

520 Henzold: Eine neue Bildungsweise d. Anthracens.

Die oben erwiesene Entstehung von Anthracen aus Benzyläthyläther mittelst wasserfreier Phosphorsäure lässt sich wohl dadurch erklären, dass das aus jenem nascirende Stilben durch letztere gemäss folgender Gleichung oxydirt wird:

Das Produkt obiger Reaction enthält reichlich phosphorige Säure, welche durch Reduction der Phosphorsäure erzeugt ist.

Leipzig, Kolbe's Laboratorium, März 1883.

Berichtigungen.

Bd. 27.

- S. 49 Zeile 12 v. o. ist das Wort: versuchte zu streichen.
 S. 180 Zeile 8 v. u. statt Mg lies Hg.
 S. 234 Zeile 4 u. 19 v. u. statt Piütiporsk lies Piätigorsk.
 S. 249 Zeile 6 v. u. statt Biedent lies Biedert (ebenso Note 1, das. u.
 S. 250 Zeile 4 v. u. etc.)
 S. 464 Zeile 4 v. u. statt 284,4 lies 283,8 und statt Diff. + 6,7 lies + 6,1.