

Ueber die Verbindungen des Phosphors mit Aethyl;
von F. Berlé *).

Für die Untersuchung, welche Producte sich bei der Einwirkung von Jodäthyl auf Phosphornatrium bilden, liegt schon in der Darstellung der letzteren Verbindung eine große Schwierigkeit. Bei directer Einwirkung des Phosphors auf Natrium ist die Wärmeentwicklung so heftig, daß Porcellan-gefäße ihr nicht widerstehen. Versuche, das Phosphornatrium durch die Einwirkung von Phosphordämpfen auf weißglühenden verkohlten Weinstein oder von Kohle auf phosphorsaures Natron zu erhalten, führten zu keinem Resultat. Nur in der Art liefs sich Phosphornatrium darstellen, daß Natrium unter Steinöl geschmolzen und Phosphor in kleinen Stücken allmählig zugesetzt wurde; die Wärmeentwicklung ist auch unter diesen Umständen bedeutend, und steigert sich manchmal bis zur Entzündung des Steinöls.

Das auf diese Art erhaltene Phosphornatrium war eine schwarze, körnig pulverige Masse, die sich von dem anhängenden Steinöl nicht vollständig befreien liefs. Es wurde wahrscheinlich hierdurch eine lebhaftere Einwirkung des Phosphornatriums auf Jodäthyl verhindert; erst bei hoher Temperatur fand Einwirkung statt. Die Operation wurde in der Weise, wie Löwig bei den früheren Darstellungen metallhaltiger Radicale verfuhr, in einer Kohlensäureatmosphäre ausgeführt; es ging zuerst das überschüssige Jodäthyl über, und später eine gelbe, an der Luft stark rauchende Flüssigkeit. Letztere hält Berlé für Phosphortriäthyl $(C_4H_5)_3P$, weil sie bei dem Erwärmen mit Jodäthyl zu einer gelblich-weißen krystallinischen Masse wurde, deren Jodgehalt dem

*) J. pr. Chem. LXVI, 73.

der Verbindung $(C_4H_5)_4P, J$ sehr nahe kam (gefunden wurden 45,5 und 47,8 pC. Jod, der berechnete Jodgehalt ist 46,3 pC.). Im ganz reinen Zustand liefs sich keine dieser Verbindungen erhalten.

Als Jodäthyl, Phosphor und Natrium in eine starke Glasröhre eingeschmolzen etwa 6 Stunden lang auf 100° erhitzt wurden, bildete sich eine feste Masse. Bei dem Oeffnen der Röhre entwich ein brennbares Gas, wahrscheinlich Aethyl. Die Masse wurde mit wenig Wasser ausgezogen und zur Entfernung des gelösten Jodnatriums mit Aether und Alkohol versetzt; die von der wässerigen Schichte getrennte ätherisch-alkoholische Lösung gab bei dem Verdunsten undeutliche Krystalle, aus deren Lösung in Wasser ziemlich grofse Nadeln mit 67,77 pC. Jod krystallisirten; der Formel $(C_4H_5)_3P, J + HJ$ entsprechen 67,2 pC. Jod. Indefs liefs sich auch auf diese Weise eine gröfsere Menge des Zersetzungsproducts nicht erlangen, da bei dem Erhitzen gröfserer Quantitäten Jodäthyl, Phosphor und Natrium Explosion eintrat.

Phosphor löst sich in der Wärme in grofser Menge in Jodäthyl, aber Phosphoräthyl wird nicht gebildet, wenn auch die Lösung mehrere Tage lang bei 100° erhalten wird.

Neue mafsanalytische Bestimmung des Chlors in Verbindungen ; von Dr. *Mohr*.

Levol hatte eine Chlorbestimmung durch Silberlösung angegeben, wo er das Ende der Fällung durch einen Zusatz von phosphorsaurem Natron sichtbar macht, indem die entstehende gelbe Färbung des Niederschlags durch phosphor-