

äussern, weil wir hierzu nicht genügend zahlreiche Versuche mit derselben angestellt haben. Doch scheint sie uns wirklich die richtigsten Zahlen für die vorhanden gewesene Cellulose zu liefern, obgleich dasjenige, was man als „Cellulose nach Fr. Schulze“ wägt, zum Theil aus Oxycellulose bestehen wird. Ein Übelstand dieser Methode ist jedenfalls die lange Zeit, welche bei Ausführung derselben nöthig ist, und dass Holz mehrmalige Behandlung mit dem Chloratgemisch erfordert. (Es ist anzunehmen, dass hierbei ein Theil der Cellulose in Lösung geht.)

Die sämmtlichen Methoden sind, sobald man eingeübt ist, ohne grosse Schwierigkeit auszuführen.

Über die Entfernung des Thiophens aus dem Benzol mittels Aluminiumchlorid.

Von
Fr. Heusler.

(Mittheilung aus dem chem. Institut der Universität Bonn.)

In meiner kürzlich S. 318 d. Z. veröffentlichten Abhandlung über die Einwirkung von Aluminiumchlorid auf Theer- und Erdöldestillate habe ich angegeben, dass es mir im Gegensatz zu den Angaben des D.R.P. 79 505 der Société anonyme des matières colorantes de St. Denis zu Paris nicht gelungen sei, das thiophenhaltige Benzol des Handels oder auch Rohbenzol von seinem Gehalt an Thiophen quantitativ zu befreien. Demgegenüber haben nun die Herren Haller und Michel¹⁾ die Bedingungen genau mitgetheilt, unter welchen ihnen die quantitative Entfernung des Thiophens aus dem Benzol gelungen sei und die Hoffnung ausgesprochen, dass ich nunmehr ihre Resultate werde bestätigen können. In der That haben meine neuerdings angestellten Versuche die Richtigkeit der Vermuthung der französischen Chemiker bewiesen; da indess einmal eine Differenz stattgefunden hat, so halte ich es für angemessen, auch meine früheren diesbezüglichen Versuche etwas genauer mitzutheilen.

Die oben erwähnte Patentschrift sagt: „Man erhitzt das Thiophen enthaltende Benzol mit 0,5 Proc. Aluminiumchlorid einige Stunden, dann kühlst man das Gemenge ab und erhält dadurch einen geringen theerichen Bodensatz. Hierauf decantirt man den flüssigen Theil ab, destillirt ihn, u. s. w.“

Statt diesen decantirten flüssigen Theil trocken zu destilliren, habe ich in diesem wie vielen andern Fällen denselben anfangs mit Wasserdampf destillirt. Wenn man das thut, so erhält man ein Benzol, welches immer noch wenig Thiophen enthält, auch wenn man statt 0,5 Proc. mehrere ganze Proc. Aluminiumchlorid anwendet.

Dasselbe Resultat erreichte ich, als ich das decantirte Product trocken destillirte. Dabei ist zu bemerken, dass ich die Decantation so vornahm, dass das Benzol schnell aus dem Reactionsgefäß in einen trockenen, zur Destillation vorbereiteten Kolben umgegossen wurde.

Haller und Michel geben nun einmal an, dass sie bei thiophenreichem Benzol bedeutend mehr als 0,5 Proc. Aluminiumchlorid in Reaction brachten, sodann, dass sie von dem Reactionsproduct von Benzol und Aluminiumchlorid entweder direct das Benzol abdestilliten, oder aber dass sie decantirten unter Feuchtigkeitsabschluss und dann destillirten.

Ich habe daher einmal 120 cc eines stark thiophenhaltigen, im Grossbetrieb durch die Schwefelsäurewäsche gereinigten Benzols mit 5,8 g Aluminiumchlorid, bei einem zweiten Versuche 120 cc Rohbenzol (aus oberschlesischen Kokereigasen gewonnen) mit nahezu 9 g Aluminiumchlorid je 9 Stunden am aufsteigenden Kühler zum Sieden erhitzt und sodann, ohne zu decantiren, bei Feuchtigkeitsabschluss das Benzol abdestillirt. Dasselbe erwies sich nach dem Waschen mit Natronlauge und Trocknen mit Chlorcalcium in beiden Fällen als thiophenfrei. Ich befnde mich daher nunmehr mit Haller und Michel in Übereinstimmung. Es ergibt sich aus den besprochenen Versuchen die Schlussfolgerung, dass bei der Einwirkung von Aluminiumchlorid auf thiophenhaltiges Benzol zunächst ein Zwischenproduct entsteht, welches bei der niederen Reactionstemperatur nur zum Theil in das von mir beschriebene schwefelhaltige Harz übergeht, und welches, in Benzol löslich, von Wasser leicht unter Rückbildung von Thiophen zersetzt wird.

Beim Xylol hingegen wird infolge der höheren Reactionstemperatur das Zwischenproduct, welches bei der Einwirkung von Aluminiumchlorid auf Thioxen entsteht, quantitativ zersetzt, sodass das decantirte Xylol mit Wasser versetzt werden kann, ohne dass Thioxen zurückgebildet wird.

¹⁾ Bull. Soc. chim. [3] 15, 1065 (1896).