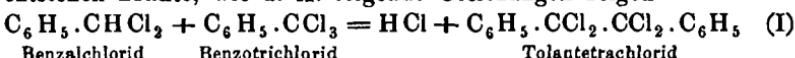
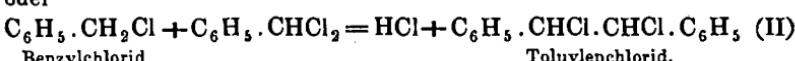


nen wird das Benzil destillirt und dann aus Aether umkristallisiert, aus dem es beim Verdunsten in dicken, sechseitigen (anscheinend hexagonalen) Säulen krystallisiert, die bei 96—97° (Limpicht gibt 95° an) schmelzen.

Es handelt sich nun noch um die Frage, unter welchen Umständen Toluol durch Chlor in Tolantetrachlorid übergeht. Diese Bedingungen konnten wir bisher nicht ermitteln; bei einigen Versuchen haben wir zwar Tolantetrachlorid, aber immer nur in sehr kleiner und untergeordneter Menge erhalten. Bei der Operation, welche uns unser Untersuchungsmaterial lieferte, hat jedenfalls in irgend einem Stadium des Prozesses ein Ueberreissen von etwas Schwefelsäure stattgefunden, welche sich in den vom Tetrachlorid abgesangten Mutterlaugen in geringer Menge vorfand. Verschiedene Möglichkeiten sind denkbar, nach welchen Tolantetrachlorid aus Benzyl-, Benzal- und Benzotrichlorid direct (I) oder nach weiterem Einleiten von Chlor (II) entstehen könnte, wie u. A. folgende Gleichungen zeigen:



oder



Da die Schwefelsäure aus Benzotrichlorid Benzoësäure¹⁾, aus Benzalchlorid Bittermandelöl²⁾ bildet, so wäre es nicht unmöglich, dass sie unter geeigneten Bedingungen ein Gemisch beider zu Benzoïn, Benzil oder Chlorobenzil condensirte, welche sich unter den Versuchsbedingungen mit der vorhandenen Salzsäure zu Tolantetrachlorid umsetzen könnten.

Wir beabsichtigen diese Möglichkeiten durch Versuche zu prüfen.

Berlin (Technische Hochschule) u. Höchst (Labor. v. Meister, Lucius und Brüning).

500. G. v. Bechi: Löslichkeitsbestimmungen einiger Theerbestandtheile.

(Eingegangen am 15. October.)

Es fehlen bisher von den festen Theerbestandtheilen unter sich vergleichbare Löslichkeitsbestimmungen. Ich habe daher auf Veranlassung von Hrn. Prof. Graebe von den wichtigeren derselben die Löslichkeit in absolutem Alkohol und reinem Toluol ausgeführt. Toluol

¹⁾ Janssen (D. Patent 6685. 30/10 1878) begründet hierauf eine technische Methode der Benzoësäuredarstellung.

²⁾ Oppenheim, diese Berichte II, 212.

wurde an Stelle von Benzol gewählt, weil dasselbe sich besser wie letzteres zum Krystallisiren eignet und auch am Besten den Rohbenzolen entspricht, welche gewöhnlich als Lösungsmittel in den Laboratorien dienen.

Zu den folgenden Bestimmungen, welche auch für den Techniker der sich mit der Gewinnung von Naphtalin und Anthracen beschäftigt, von Interesse sein dürften, wurde der Löslichkeitsapparat von V. Meyer benutzt. An Stelle des Chlorcalciumrohrs wurde eine Röhre gewählt, welche mit loser Baumwolle gefüllt war, und welche etwas aus dem Erhitzungsapparate herausragte und die Dämpfe in einer für die Bestimmung genügenden Weise zurückhielt, was auch mit der Angabe von V. Meyer stimmt, dass ein Fortlassen des Chlorcalciums keinen wesentlichen Einfluss zeigt. Die Bestimmung in Toluol wurde bei gewöhnlicher Temperatur und im Wasserdampf, die in Alkohol bei gewöhnlicher Temperatur und in dem Dampf von Alkohol ausgeführt.

Die angewandten Substanzen wurden nach bekannten Methoden gereinigt.

Nur in Betreff des Anthracens habe ich einen Umweg eingeschlagen, um diesen Körper sicher frei von anderen Theerbestandtheilen zu erhalten, was bekanntlich sehr schwer zu erreichen ist. Ich wählte daher als Ausgangsmaterial ganz reines Anthrachinon, in dem sicherlich kein anderer Kohlenwasserstoff enthalten war. Daselbe wurde durch Glühen mit Zinkstaub zu Anthracen reducirt. Nach verschiedenen Versuchen, um die geeigneten Mengenverhältnisse auszumitteln, blieb ich bei folgendem Verfahren stehen.

Ein Gemisch von 1 Theil Anthrachinon mit 10 Theile Zinkstaub wurde, wie dies schon Graebe und Liebermann angaben, in eine Röhre gefüllt und noch etwas Zinkstaub vorgelegt. Selbst bei vorsichtigem Erhitzen enthielt das Anthracen immer noch Anthrachinon beigemengt. Von letzterem wurde es durch wiederholtes Erwärmen mit Zinkstaub und verdünnter Natronlauge getrennt. Hierbei geht bekanntlich das Anthrachinon in Lösung. Nach dem bei weiterem Erwärmern der Rückstand keine gefärbte alkalische Lösung mehr lieferte, wurde das Anthracen durch Lösen in Benzol vom beigemengten Zinkstaub getrennt. Durch Umlösung wurde das Anthracen ganz farblos erhalten.

In folgender Tabelle stelle ich die bei den Löslichkeitsbestimmungen erhaltenen Resultate zusammen. Ausser den Theerbestandtheilen habe ich auch Anthrachinon in die Tabelle mit aufgenommen.

	100 Th. Toluol lösen		100 Th. absoluter Alkohol lösen	
	in der Kälte	beim Siedepunkte des Wassers	in der Kälte	beim Siedepunkt des Alkohols
Naphtalin	31.94 Th. (bei 16.5°)	in allen Verhältnissen	5.29 Th. (bei 15°)	in allen Verhältnissen
Anthracen	0.92 Th. (bei 16.5°)	12.94 Th.	0.076 Th. (bei 16°)	0.83 Th.
Phenantren	33.02 Th. (bei 16.5°)	in allen Verhältnissen	2.62 Th. (bei 16°)	10.08 Th.
Pyren	16.54 Th (bei 18°)	sehr löslich ¹⁾	1.37 Th. (bei 16°)	3.08 Th.
Chrysen	0.24 Th. (bei 18°)	5.39 Th.	0.097 Th. (bei 16°)	0.17 Th.
Carbazol	0.55 Th. (bei 16.5°)	5.46 Th.	0.92 Th. (bei 14°)	3.88 Th.
Phenylnaphthylcarbazol C ₁₆ H ₁₁ N	kannt löslich	0.39—0.57 Th.	kaum löslich	0.25 Th.
Anthrachinon	0.19 Th. (bei 15°)	2.56 Th.	0.05 Th. (bei 18°)	2.249 Th.

Gef., Universitätslaboratorium.

¹⁾ Eine genaue Bestimmung war wegen ungenügendem Material nicht möglich.