

0.1628 g Subst.: 14.3 ccm N (23°, 722 mm).

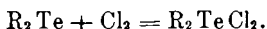
$C_{21}H_{20}N_2$. Ber. N 9.33. Gef. N 9.62.

Das Nitrosamin wird aus der Reaktionsflüssigkeit (Eisessig) durch Wasser als bräunlich-gelbe, harzige Masse gefällt, deren ätherische Lösung beim Verdunsten ein dickflüssiges Öl hinterließ; dasselbe gab die Liebermannsche Reaktion und löste sich in konzentrierter Schwefelsäure vorübergehend schön grünblau, die Lösung wird aber nach wenigen Augenblicken mißfarbig dunkel.

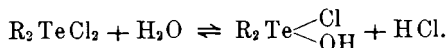
32. Karl Lederer: Zur Kenntnis *ortho*-substituierter Xylyl-tellurverbindungen.

(Eingegangen am 31. Dezember 1915.)

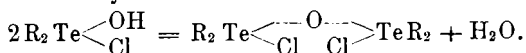
Die aromatischen Telluride vereinigen sich leicht mit Chlor, Brom und Jod:



Die Chloride und Bromide lösen sich in Wasser mit saurer Reaktion und gehen in die basischen Salze über, welche von Wasser nicht weiter hydrolysiert werden und aus genügend säurehaltigen Lösungen wieder in Form der Dihalogenverbindungen krystallisieren. Es besteht demnach ein Gleichgewichtszustand zwischen dem neutralen und basischen Salz:



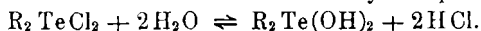
Die basischen Salze verlieren beim Erhitzen Wasser und gehen in die basischen Anhydride über:



Diese Beobachtung habe ich bei den Phenyl- und *p*-Tolylverbindungen gemacht, während die *o*-Tolylverbindungen nur in Form der Anhydride existieren¹⁾. Ich habe meine Untersuchungen fortgesetzt und zwei weitere *ortho*-substituierte Telluride und zwar das Di-*p*-xylyl- und Di-*m*-xylyl-4-tellurid dargestellt. Diese beiden Verbindungen wurden durch Einwirkung von Tellurdibromid auf die entsprechenden Grignard-Lösungen erhalten, eine Methode, nach der ich bereits eine Anzahl Telluride dargestellt habe. Die beiden Telluride vereinigen sich leicht mit Chlor, Brom und Jod zu gut krystallisierenden Salzen; die beiden Chloride lösen sich in Wasser mit

¹⁾ A. 391, 326—347 [1912].

saurer Reaktion; es gelang auch Substanzen zu erhalten, die gute Analysenresultate für das basische Salz ergaben, aber diese basischen Salze werden von Wasser weiter hydrolysiert, man erhält Substanzen mit zu geringem Chlorgehalt. Diese Substanzen lösen sich in Wasser abermals mit saurerer Reaktion, demnach besteht hier ein Gleichgewichtszustand zwischen dem Dichlorid und dem Oxyd resp. Dihydroxyd:



Was nun die basischen Chloride anbetrifft, so habe ich bei den *p*-Xylylverbindungen Analysenresultate erzielt, die für das basische Salz und für dessen Anhydrid gut übereinstimmende Werte ergaben. Es gelang ferner durch Versetzen einer wäßrigen Lösung eines einmal aus Wasser umkrystallisierten Dichlorids mit Kaliumjodid ein basisches Jodid zu erhalten. Bei den naheliegenden Werten, die für das basische Salz und dessen Anhydrid berechnet wurden, konnte nicht mit Sicherheit festgestellt werden, ob das Jodid in Form des Anhydrids vorlag oder in Form des Hydrats. Bei der *m*-Xylylverbindung gelang es, ein sehr gut krystallisierendes basisches Chlorid zu erhalten; es hat einen charakteristischen Schmelzpunkt, die Analysenresultate sprechen für ein Anhydrid.

Ähnlich verhalten sich die Dibromide; es gelang nicht, Substanzen zu erhalten, die sich in Wasser mit neutraler Reaktion lösten.

Die Dibromide gehen mit Natronlauge in die Oxyde über. Während die Oxyde der Phenyl-, der *o*- und *p*-Tolylverbindungen sich in Wasser mit stark alkalischer Reaktion lösen, ist dies bei den beiden Xylyltelluroniumoxyden nicht der Fall. Die wäßrigen Lösungen reagieren nur äußerst schwach alkalisch.

Die *p*-Xylylverbindung vereinigt sich sehr leicht mit Jodmethyl zum Di-*p*-xylyl-methyl-telluroniumjodid. Die wäßrige Lösung dieses Salzes gibt mit Pikrinsäure ein gut krystallisierendes Pikrat. Die *m*-Xylylverbindung hat dagegen wenig Neigung, sich mit Jodmethyl zu verbinden.

Die *p*-Xylylverbindung vereinigt sich leicht mit den drei Quecksilberhalogeniden zu gut krystallisierenden Doppelsalzen, während das *m*-Xylyltellurid weniger gut krystallisierende Doppelsalze bildet.

Experimenteller Teil.

Di-*p*-xylyl-tellurid, [*p*-(CH₃)₂C₆H₃]₂Te.

In eine aus 156 g *p*-Xylylbromid (4 Mol), 20.7 g Magnesium (4 Mol) und ungefähr 500 ccm absolutem Äther bereitete Grignard-Lösung werden langsam 60 g Tellurdibromid (1 Mol) eingetragen. Die Reaktion verläuft sehr stürmisch, das Tellurdibromid geht zum größten Teil in Lösung. Nach dreistündigem Kochen zersetzt man mit

Eiswasser, wäscht die ätherische Lösung gut mit Wasser und destilliert im Kohlensäurestrom den Äther, das gebildete Xylol und noch eventuell vorhandenes Bromxylol. Der Rückstand wird mit 20 g Kupferpulver versetzt und $\frac{1}{2}$ Stunde im Kohlensäurestrom auf 280° (Außentemperatur) erhitzt. Dann destilliert man im Vakuum das Di-*p*-xylol und das Di-*p*-xylol-tellurid.

Bei $260-275^{\circ}$ geht bei 34 mm die Hauptmenge über, die in der Vorlage krystallinisch erstarrt. Das Tellurid wird aus Methyl- oder Äthylalkohol umkrystallisiert. Schon eine einmalige Krystallisation genügt, um ein fast reines Produkt zu erhalten, nochmals aus Alkohol krystallisiert, erhält man das Tellurid vollkommen rein in Form seidenglänzender Nadeln, die bei 72° ohne Zersetzung schmelzen. Ausbeute 36.6 g. Das Tellurid ist in Benzol, Toluol, Xylol, Chloroform, Kohlenstofftetrachlorid, Schwefelkohlenstoff, Äther, Benzin, Petroläther und Ligroin spielend leicht löslich, dagegen löst es sich schwer in Methyl- und Äthylalkohol.

0.1654 g, 0.1302 g Sbst.: 0.3402 g, 0.2706 g CO_2 , 0.0796 g, 0.0609 g H_2O .
 $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{Te}$. Ber. C 56.88, H 5.33.
 Gef. » 56.09, 56.68, » 5.39, 5.19.

(I nach einmaliger, II nach zweimaliger Krystallisation aus Alkohol.)

Diese Substanz verbrennt schwer und muß unbedingt mit Bleichromat gemischt werden, um richtige Resultate zu geben. Die alkoholischen Mutterlaugen wurden eingedampft, das noch vorhandene Tellurid mittels Quecksilberchlorids entfernt. Der Überschuß an Quecksilberchlorid wurde mittels Natronlauge entfernt. Das Di-*p*-xylol wurde in Form eines angenehm riechenden Öles erhalten. Jacobson beschreibt das Di-*p*-xylol als eine bei 125° schmelzende krystallinische Substanz. Er will diese Verbindung bei der Destillation von Di-*p*-xylol-Quecksilber erhalten haben¹⁾.

Di-*p*-xylol-telluroniumdichlorid, $[p-(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_3]_2\text{TeCl}_2$.

5 g Tellurid werden in Äther gelöst und in diese Lösung trocknes Chlor eingeleitet. Das Chlorid scheidet sich sofort als ein krystallinisches Pulver aus. Die Ausbeute beträgt reichlich 6 g. Das Chlorid ist in Benzol, Toluol, Xylol, Chloroform und in Schwefelkohlenstoff spielend leicht löslich, in Methyl- und Äthylalkohol löst es sich schwer, in Benzin und Petroläther ist es so gut wie unlöslich. Zur Krystallisation wurde das Chlorid in etwas Chloroform gelöst und diese Lösung mit Methylalkohol bis zur Krystallisation versetzt. Man erhält so das Chlorid in schönen, kleinen, farblosen Nadeln, die

¹⁾ B. 14, 2112 [1881].

zwischen 197° und 198° schmelzen. Zur Analyse wurde es bei 125° getrocknet.

0.2260 g Sbst.: 0.3894 g CO₂, 0.0916 g H₂O. — 0.1873 g Sbst.: 0.1329 g AgCl.

C₁₆H₁₈TeCl₂. Ber. C 47.01, H 4.40, Cl 17.36,
Gef. » 46.99, » 4.50, » 17.55.

Di-*p*-xylyl-telluroniumdibromid, [*p*-(CH₃)₂C₆H₃]₂TeBr₂.

Das Bromid wurde durch Versetzen einer ätherischen Lösung des Tellurids mit einem geringen Überschuß Brom erhalten. Es ist in Benzol, Toluol, Xylol, Chloroform, Kohlenstofftetrachlorid und Schwefelkohlenstoff sehr leicht löslich, dagegen löst es sich schwer in Benzin und Alkohol. Zur Reinigung wird es in Chloroform gelöst und mit absolutem Alkohol bis zur beginnenden Krystallisation versetzt und das Chloroform zu wiederholten Malen abgedampft. Man erhält so das Bromid in schönen, gelben Nadeln, die zwischen 189° und 190° schmelzen. Ligroin scheint zum Umkrystallisieren am geeignetsten zu sein. Das so erhaltene Bromid ist chloroformhaltig und wird bis zur Gewichtskonstanz bei 125—130° getrocknet.

0.2070 g, 0.1806 g Sbst.: 0.1550 g, 0.1379 g AgBr.

C₁₆H₁₈TeBr₂. Ber. Br 32.16. Gef. Br 31.81, 32.50.

Di-*p*-xylyl-telluroniumdijodid, [*p*-(CH₃)₂C₆H₃]₂TeJ₂.

3 g Tellurid wurden in möglichst wenig Äther gelöst und zu dieser Lösung eine konzentrierte ätherische Lösung von 2.3 g Jod zugefügt. Das Jodid scheidet sich sofort in Form eines rotbraunen Niederschlages aus. Es ist in Benzol, Toluol, Xylol, Chloroform, Kohlenstofftetrachlorid und in Schwefelkohlenstoff bereits in der Kälte spielend leicht löslich, dagegen löst es sich schwer in Benzin und Alkohol, noch schwerer in Petroläther. Zur Krystallisation wurde es in Chloroform gelöst und mit Alkohol versetzt. Das Jodid scheidet sich so in Form tief rotbrauner Nadeln aus. Das so erhaltene Jodid krystallisiert mit einem Krystallmolekül Chloroform.

0.1378 g Sbst.: 0.1481 g CO₂, 0.0361 g H₂O.

C₁₆H₁₈TeJ₂ + CHCl₃. Ber. C 28.69, H 2.67.

Gef. » 29.31, » 2.93.

Löst man es dagegen in etwas Benzol und versetzt die Lösung bis zur Krystallisation mit Benzin, so erhält man das reine Jodid in Form tief rotbrauner Nadeln, die zwischen 161° und 162° schmelzen, von 156° ab sintert die Substanz.

0.1530 g Sbst.: 0.1830 g CO₂, 0.0414 g H₂O. — 0.1540 g Sbst.: 0.1234 g AgJ.

$C_{10}H_{18}TeJ_2$. Ber. C 32.45, H 3.14, J 42.94.
Gef. » 32.62, » 3.00, » 43.31.

Di-*p*-xylyl-telluroniumoxyd, $[p-(CH_3)_2C_6H_3]_2TeO$.

5 g fein pulverisiertes Dibromid werden in einer Schale mit 16 g in 100 ccm Wasser gelöstem Natriumhydroxyd übergossen und eine Stunde lang auf einem gut siedenden Wasserbade unter ständigem Rühren erwärmt. Das gebildete Oxyd wird nach dem Erkalten abgesaugt, mit kaltem Wasser gewaschen und getrocknet. Die Ausbeute ist quantitativ.

Das Oxyd löst sich beim Erwärmen in Benzol, Toluol und Xylol, in Chloroform und in Schwefelkohlenstoff löst es sich bereits in der Kälte, in Benzin und Petroläther dagegen ist es äußerst schwer löslich. Wird es in Chloroform gelöst und mit Benzin bis zur Krystallisation versetzt, so scheidet es sich in Form von Nadeln aus, die chloroformhaltig sind. Aus heißem Benzol scheidet sich das Oxyd in Form eines mikrokristallinen Pulvers aus, das zwischen 225° und 226° unter Sintern von 223° ab schmilzt.

0.1444 g Sbst.: 0.2858 g CO_2 , 0.0704 g H_2O .

$C_{16}H_{18}TeO$. Ber. C 54.31, H 5.91.
Gef. » 53.97, » 5.41.

Das Oxyd löst sich sehr schwer in Wasser. Die wäßrige Lösung reagiert nur äußerst schwach alkalisch. Beim Erkalten scheidet sich das Oxyd in Form von Nadeln aus, die lufttrockne Substanz (nach 8-stündigem Trocknen) verliert bei 150° nicht an Gewicht. Das Oxyd scheint demnach aus Wasser in Form des Oxyds und nicht des Dihydroxyds zu krystallisieren.

Einwirkung von Wasser auf Di-*p*-xylyl-telluroniumdichlorid.

1.5 g Dichlorid wurden in 300 ccm siedendes Wasser eingetragen und einige Zeit gekocht, wobei man die verdampfende Menge Wasser erneuert. Der Rest des Dichlorids wird in 150 ccm Wasser gelöst, die beiden Lösungen vereinigt und auf ungefähr 300 ccm eingedampft. Beim Erkalten scheidet sich ein krystallinisches Pulver aus, das bei 223° zu sintern beginnt und bei 227° schmilzt.

0.2600 g, 0.2820 g Sbst.: 0.1020 g, 0.1050 g AgCl.

$C_{16}H_{18}Te<\begin{smallmatrix} OH \\ Cl \end{smallmatrix}$ Ber. Cl 9.09.

$C_{16}H_{18}Te<\begin{smallmatrix} OH \\ Cl \end{smallmatrix} - H_2O$. » » 9.56.

Gef. » 9.50, 9.18.

Das so erhaltene Produkt löst sich in Wasser mit saurer Reaktion. 1.5 g der so erhaltenen Substanz wurden in 500 ccm siedendes Wasser eingetragen und längere Zeit gekocht, der nicht gelöste Anteil wurde in 200 ccm kochendem Wasser gelöst, beide Lösungen vereinigt und auf 300 ccm eingeeengt.

Beim Erkalten scheidet sich ein Pulver aus, das bei 208° sintert und bei 210° schmilzt. Die Analysen ergaben, daß das so erhaltene Produkt weiter hydrolysiert war.

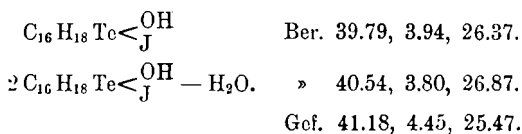
0.2620 g, 0.1759 g Sbst.: 0.0710 g, 0.0485 g AgCl entsprechend 6.67 % und 6.82 % Cl.

Die so erhaltene Substanz löst sich abermals in Wasser mit saurer Reaktion.

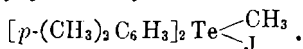
Ähnlich verhält sich das Bromid. Es gelang nicht, durch wiederholtes Lösen in Wasser eine sich in Wasser mit neutraler Reaktion lösende Substanz zu erhalten.

Wird das durch einmalige Krystallisation erhaltene Salz in Wasser gelöst und mit Kaliumjodid versetzt, so wird ein rotbraunes Pulver gefällt, das lufttrocken bei 50° sintert und gegen 70° schmilzt.

0.1478 g Sbst.: 0.2332 g CO₂, 0.0525 g H₂O.



Di-*p*-xylyl-methyl-telluroniumjodid,



2 g Tellurid werden in 5 g Jodmethyl gelöst und 10 Tage stehen gelassen. Schon nach 24 Stunden scheiden sich kleine farblose Krystalle aus, nach 10 Tagen haben sie sich stark vermehrt. Das überschüssige Jodmethyl wird abgegossen. Die Substanz gepulvert und kurze Zeit im Vakuum getrocknet.

Das primäre Produkt stellt gleich das reine Jodid dar. Die Phenyl- und *p*-Tolyltelluride vereinigen sich mit 2 Molekülen Jodmethyl, wobei das zweite Molekül Jodmethyl als Krystalljodmethyl zu betrachten ist. Das *o*-Tolyltellurid vereinigt sich dagegen nur mit einem Molekül Jodmethyl¹⁾.

Das Jodid sintert bei 134° und schmilzt bei 137° unter Zersetzung in beide Komponenten.

¹⁾ A. 399, 260—274 [1913].

0.1678 g Sbst.: 0.2600 g CO₂, 0.0661 g H₂O. — 0.1710 g Sbst.: 0.0844 g AgJ.

C₁₇H₂₁TeJ. Ber. C 42.54, H 4.36, J 26.48.

Gef. » 42.25, » 4.41, » 26.68.

Das Pikrat. Dieses wird durch Versetzen einer wäßrigen Lösung des Jodids mit Pikrinsäure als gelber Niederschlag erhalten. Das Pikrat krystallisiert aus Alkohol in Form von Nadeln, aus Wasser in Form von Schuppen. Es schmilzt bei 170° unter vorhergehendem Sintern von 166° ab. Die aus Alkohol umkrystallisierte Substanz wurde analysiert.

0.1243 g Sbst.: 0.2171 g CO₂, 0.0436 g H₂O.

C₂₃H₂₃TeN₃O₇. Ber. C 47.63, H 3.93.

Gef. » 47.54, » 3.96.

Quecksilberchlorid-Doppelsalz des Di-*p*-xylyltellurids,
[*p*-(CH₃)₂C₆H₃]₂TeHgCl₂.

Dieses Doppelsalz entsteht, wenn man eine ätherische Lösung des Tellurids mit einer wäßrigen Lösung Quecksilberchlorid gut durchschüttelt, als weißer Niederschlag, der aus Alkohol umkrystallisiert wurde. Bei langsamer Krystallisation scheidet sich das Doppelsalz in Form von Säulen aus, Eisessig scheint zum Umkrystallisieren weniger geeignet zu sein. Diese Substanz schmilzt zwischen 179° und 180°, von 170° ab schrumpft sie zusammen.

0.1872 g Sbst.: 0.0862 g AgCl.

C₁₆H₁₈TeHgCl₂. Ber. Cl 11.64. Gef. Cl 11.72.

Quecksilberbromid-Doppelsalz, [*p*-(CH₃)₂C₆H₃]₂TeHgBr₂.

2.12 g Quecksilberbromid werden in Alkohol gelöst und diese Lösung mit 2 g in Alkohol gelöstem Tellurid versetzt. Beim Erkalten scheidet sich das Doppelsalz in Form breiter Nadeln aus, desgleichen beim Umkrystallisieren aus Eisessig. Die sowohl aus Eisessig als auch aus Alkohol umkrystallisierte Substanz schmilzt zwischen 169° und 170°, von 165° ab schrumpft sie zusammen.

0.1810 g, 0.2040 g Sbst.: 0.0986 g, 0.1104 g AgBr.

C₁₆H₁₈TeHgBr₂. Ber. Br 22.92. Gef. Br 23.18, 23.03.

(I aus Alkohol, II aus Eisessig umkrystallisiert.)

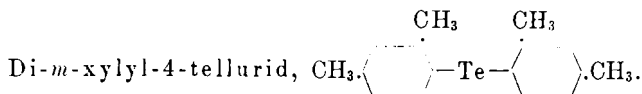
Quecksilberjodid-Doppelsalz, [*p*-(CH₃)₂C₆H₃]₂TeHgJ₂.

2.7 g Quecksilberjodid werden in Alkohol gelöst und zu dieser Lösung 2 g in Alkohol gelöstes Tellurid zugefügt. Aus dieser Lösung scheidet sich das Jodid in Form goldgelber Nadeln aus, die zwischen 166° und 167° unter vorhergehendem Sintern von 164° ab schmelzen. Dasselbe gilt für das aus Eisessig umkrystallisierte Produkt.

0.1782 g, 0.1808 g Sbst.: 0.1078 g, 0.1082 g AgJ.

$C_{16}H_{18}TeHgJ_2$. Ber. J 32.07. Gef. J 32.70, 32.35.

(I aus Alkohol, II aus Eisessig umkrystallisiert.)



In eine aus 156 g *m*-Xylyl-4-bromid, 20.7 g Magnesium und ungefähr 500 ccm absolutem Äther bereitete Grignard-Lösung werden langsam 60 g Telluridbromid eingetragen. Das Bromid reagiert sehr lebhaft mit der Grignard-Lösung und geht zum größten Teil in Lösung. Nach dreistündigem Kochen zersetzt man mit Eiswasser und verfährt wie bei der *para*-Verbindung. Bei der Destillation im Vakuum bei 16 mm wird der zwischen 200° und 230° übergehende Anteil separat aufgefangen, bei 227° destilliert die Hauptmenge als gelbliches Öl über. Dieses Öl erstarrt nicht, auch wenn es in Eis gestellt wird, es wird nur dickflüssig. Zur Reinigung wurde es in das Dibromid übergeführt. Die Ausbeute an letzterem betrug 57 g. Das Dibromid ist in Wasser sehr schwer löslich; eine Reduktion mittels Natriumbisulfit, wie bei früheren Verbindungen, wäre sehr umständlich¹⁾, dagegen läßt sich die Verbindung mit Hilfe von Methylmagnesiumjodid leicht reduzieren.

50.5 g Methyljodid, 8.8 g Magnesium werden in 250 ccm absolutem Äther in Reaktion gebracht. In diese Lösung wurden langsam 40 g Dibromid eingetragen. Das Dibromid reagiert sehr stürmisch mit dem Grignard-Reagens und löst sich rasch. Im Kolben scheidet sich dagegen ein weißes Pulver aus, jedenfalls Magnesiumjodid oder Bromid. Diese Lösung wird noch eine halbe Stunde gekocht, dann unter guter Kühlung mit Eiswasser zersetzt und das gebildete Magnesiumhydroxyd mit verdünnter Salzsäure gelöst. Die ätherische Lösung wird mit Wasser gewaschen und nach eintägigem Trocknen über Kaliumhydroxyd der Äther im Kohlensäurestrom abdestilliert. Im Vakuum bei 10 mm geht bei 202–203° das Tellurid als schwach gelbstichiges Öl über. Die Ausbeute beträgt fast 25 g. Der Vorlauf war nur gering. Dieses Öl erstarrt nicht in einer Kältemischung, sondern wird dickflüssig.

0.1720 g Sbst.: 0.3590 g CO_2 , 0.0806 g H_2O .

$C_{16}H_{18}Te$. Ber. C 56.88, H 5.33.

Gef. » 56.92, » 5.20.

Diese Substanz verbrennt sehr schwer, es ist nötig, das Öl in einem Schiffchen mit Bleichromat zu versetzen.

¹⁾ B. 48, 1345–1350, 2049–2054 [1915].

Di-*m*-xylyl-4-telluroniumchlorid.

Das Chlorid wird durch Einleiten eines trocknen Chlorstromes in eine ätherische Lösung des Tellurides erhalten. Das Chlorid scheidet sich sofort in Form eines krystallinischen Pulvers aus. Nach dem Trocknen über Kali und Schwefelsäure wird es in Chloroform gelöst und bis zur Krystallisation mit Methylalkohol versetzt. Man erhält so das Chlorid in Form mikroskopischer Säulen. Es ist in Benzol, Toluol, Xylol, Chloroform und in Schwefelkohlenstoff bereits in der Kälte löslich, es löst sich leicht beim Erwärmen in Kohlenstofftetrachlorid, dagegen schwer in Benzin, Methyl- und Äthylalkohol, in Petroläther ist es so gut wie unlöslich. Das Chlorid schmilzt zwischen 187° und 188°, von 185° ab sintert es. Zur Analyse wurde es bei 125° getrocknet.

0.1544 g Sbst.: 0.2602 g CO₂, 0.0592 g H₂O. — 0.1618 g Sbst.: 0.1146 g AgCl.

C₁₆H₁₈TeCl₂. Ber. C 47.01, H 4.40, Cl 17.36.
Gef. » 46.87, » 4.34, » 17.49.

Di-*m*-xylyl-4-telluroniumdibromid.

Das Dibromid wird durch Versetzen einer ätherischen Lösung des Tellurides mit einem geringen Überschuß an Brom dargestellt. Es wird in Chloroform gelöst und mit Alkohol bis zur Krystallisation versetzt. Das Bromid krystallisiert so in kleinen mikroskopischen prismatischen Säulen von gelber Farbe, es schmilzt zwischen 200° und 201°, von 197° ab sintert es. Das so erhaltene Bromid ist chloroformhaltig und muß bei 125° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet werden. Es löst sich sehr leicht beim Erwärmen in Benzol, Toluol, Xylol und in Kohlenstofftetrachlorid, es ist bereits in der Kälte in Chloroform und in Schwefelkohlenstoff löslich, es löst sich dagegen fast gar nicht in Benzin, Petroläther, Methyl- und Äthylalkohol.

0.1532 g Sbst.: 0.2180 g CO₂, 0.0531 g H₂O. — 0.1540 g Sbst.: 0.1162 g AgBr.

C₁₆H₁₈TeBr₂. Ber. C 38.59, H 3.61, Br 32.16.
Gef. » 38.96, » 4.08, » 32.07.

Di-*m*-xylyl-4-telluroniumdijodid.

Das Jodid wird erhalten, wenn man eine ätherische Lösung des Tellurides mit einer äquivalenten Menge Jod versetzt, das vorher in Äther gelöst wurde. Das Jodid wurde in Benzol gelöst, das bis zur Krystallisation mit absolutem Äther versetzt wurde. Das Jodid krystallisiert so in rubinroten, vierseitigen kleinen Säulen, die zwischen 181° und 182° schmelzen, bei 179° beginnt die Substanz zu sintern.

Der Schmelzpunkt ist von der Schnelligkeit des Erhitzens abhängig. Das Jodid ist in Benzol, Toluol und Xylol leicht löslich, in Chloroform und in Schwefelkohlenstoff löst es sich bereits in der Kälte, es ist sehr schwer löslich in Benzin, Äther und Alkohol, in Methylalkohol und Petroläther ist es so gut wie unlöslich. Zur Analyse wurde das Jodid bei 120° getrocknet.

0.1608 g Subst.: 0.1267 g AgJ.

$C_{16}H_{18}TeJ_2$. Ber. J 42.94. Gef. J 42.59.

Di-*m*-xylyl-4-telluroniumoxyd.

Dieses Oxyd wurde genau so wie das entsprechende *p*-Xylolderivat dargestellt. Das Oxyd löst sich leicht beim Erwärmen in Benzol, Toluol, Xylol und in Äthylalkohol, in Chloroform, Methylalkohol und Schwefelkohlenstoff löst es sich bereits in der Kälte, dagegen ist es in Benzin und Petroläther so gut wie unlöslich. Zur Krystallisation wird es in Chloroform gelöst und mit Benzin bis zur Krystallisation versetzt. Das Oxyd schmilzt zwischen 216° und 217° unter vorhergehendem Sintern von 212° ab. Zur Analyse wurde das Oxyd bei 125° getrocknet.

0.1478 g Subst.: 0.2946 g CO₂, 0.0684 g H₂O.

$C_{16}H_{18}TeO$. Ber. C 54.31, H 5.91.

Gef. » 54.36, » 5.41.

Das Oxyd ist in Wasser sehr schwer löslich, die wäßrige Lösung reagiert nur äußerst schwach alkalisch.

Einwirkung von Wasser auf Di-*m*-xylyl-4-telluroniumdichlorid.

1.5 g Dichlorid werden in 300 ccm siedendes Wasser eingetragen und der nicht in Lösung gegangene Anteil in 300 ccm Wasser gelöst. Die beiden Lösungen werden vereinigt und auf 450 ccm eingengt. Beim Erkalten scheidet sich eine in schönen, kleinen Nadelchen krystallisierende Substanz aus, die zwischen 239° und 240° schmilzt.

0.1802 g Subst.: 0.3320 g CO₂, 0.0748 g H₂O. — 0.1552 g Subst.: 0.0599 g AgCl.

$C_{16}H_{18}Te \begin{smallmatrix} OH \\ \diagdown \\ Cl \end{smallmatrix}$ Ber. C 49.43, H 4.87, Cl 9.09.

$C_{16}H_{18}Te \begin{smallmatrix} OH \\ \diagdown \\ Cl \end{smallmatrix} - H_2O$. » » 50.40, » 4.72, » 9.56.

Gef. » 50.24, » 4.61, » 9.55.

Wird diese Substanz in Wasser gelöst, so reagiert diese Lösung sauer. Beim Abkühlen scheidet sich eine gallertartige Masse aus, die, mit Wasser gewaschen und an der Luft getrocknet, zu einem weißen Pulver zerfällt, das zwischen 229° und 230° schmilzt. Diese

Substanz löst sich wiederum in Wasser mit saurerer Reaktion. Die Analyse gab folgendes Resultat:

0.1604 g Sbst.: 0.0400 g AgCl, entsprechend 6.10 % Cl.

Quecksilberchlorid-Doppelsalz des Di-*o*-xylyltellurids.

Wird eine ätherische Lösung des Tellurids mit einer wäßrigen Lösung Quecksilberchlorid geschüttelt, so bildet sich sofort ein wachseweicher weißer Niederschlag, der rasch krystallinisch erstarrt; er wurde mit Äther gewaschen und im Vakuumexsiccator getrocknet. Dieses so erhaltene Produkt sintert bei 98°, gegen 106° schmilzt es (I). Das Doppelsalz scheidet sich aus wenig Alkohol amorph aus, aus viel Alkohol krystallisiert es. Diese so erhaltene Substanz sintert bei 83°, gegen 88° hat sich ein Öl gebildet (II), löst man dagegen das Chlorid in genügend Eisessig, so krystallisiert sie beim Erkalten und sintert nach dem Trocknen bei 98° und schmilzt bei 110° (III).

0.1816, 0.1814, 0.1801 g Sbst.: 0.0824, 0.0936, 0.0793 g.

$C_{16}H_{18}TeHgCl_2$. Ber. Cl 11.64. Gef. Cl 11.22, 12.76, 10.89.

Die aus Alkohol umkrystallisierte Substanz scheint nicht ganz rein zu sein.

Quecksilberbromid-Doppelsalz.

Dieses Doppelsalz wird erhalten, wenn man äquivalente, in Alkohol gelöste Mengen des Tellurids und Quecksilberbromids vereinigt. Aus genügend Alkohol scheidet sich das Doppelsalz in Form warzenförmiger Gebilde aus, die keine deutliche Krystallform erkennen lassen und rasch zu einem leichten Pulver zerfallen. Das Bromid sintert bei 95°, gegen 99° hat sich ein Öl gebildet.

0.1806 g Sbst.: 0.1008 g AgBr.

$C_{16}H_{18}TeHgBr_2$. Ber. Br 22.92. Gef. Br 23.75.

Quecksilberjodid-Doppelsalz.

Das Quecksilberjodid-Doppelsalz wurde analog dem Bromiddoppelsalz dargestellt. Aus genügend Alkohol scheidet es sich in Form kleiner gelber Schuppen aus. Unter dem Mikroskop erscheint die Substanz in Form vierseitiger Plättchen. Es schmilzt zwischen 107° und 108° unter vorhergehendem Sintern von 102° ab.

0.1492 g Sbst.: 0.0890 g AgJ.

$C_{16}H_{18}TeHgJ_2$. Ber. J 32.07. Gef. J 31.90.

Brüssel, am 28. Dezember 1915.