

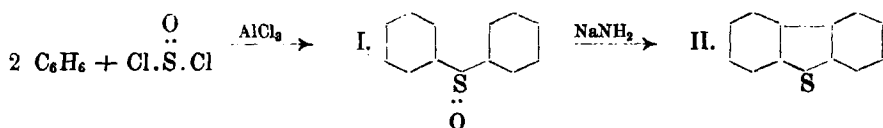
388. A. Schönberg: Darstellung des Biphenylensulfids durch Einwirkung von Natrium-amid auf Biphenylsulfoxyd.

[Aus dem Organ. Laborat. d. Techn. Hochschule Berlin.]

(Eingegangen am 20. September 1923.)

Es ist bisher keine Methode bekannt, nach welcher man das Biphenylensulfid (II), diese durch ihr Vorkommen im Steinkohlenteer interessante Verbindung, und ihre Derivate in einer für präparative Zwecke geeigneten Weise darstellen kann. Es gelingt dies weder nach der Methode von Stenhouse¹⁾, welcher Biphenylsulfid, $C_6H_5 \cdot S \cdot C_6H_5$, mehrmals durch glühende, mit eisernen Nägeln gefüllte Röhren leitete, noch nach derjenigen von Otto Lang und Mitarbeitern²⁾, welche Phosphorpentasulfid auf 2,2'-Dioxy-diphenyl bei höherer Temperatur einwirken ließen.

Es zeigte sich, daß man leicht von dem Biphenylsulfoxyd (I) — welches in guter Ausbeute aus Benzol und Thionylchlorid in Gegenwart von Aluminiumchlorid nach Ch. Colby und C. Loughin³⁾ gewonnen wird — zum Biphenylensulfid (II) gelangt, wenn man es in Toluol mit Natrium-amid rückfließend kocht:



Zu 50 g Benzol und 16 g Thionylchlorid, die sich in einem Kolben mit Rückflußkühler befanden, wurden unter äußerer Kühlung durch kaltes Wasser portionsweise 30 g feingepulvertes Chloraluminium hinzugefügt. Dann gab man 20 g Benzol hinzu, um die Mischung flüssiger zu machen, erwärmte den Kolbeninhalt 30 Min. auf dem siedenden Wasserbade und goß ihn nach Erkalten in kaltes Wasser. Die Benzolschicht wurde von der wäßrigen Phase getrennt, das Benzol gewaschen, getrocknet und abdestilliert. Es hinterblieb ein Rückstand, der, aus Petroläther umkrystallisiert, 21 g Biphenylsulfoxyd (I) in farblosen Krystallen vom Schmp. 70—71° lieferte. Diese wurden in 240 ccm siedenden Toluols gelöst, 42 g feingepulvertes Natriumamid hinzugefügt und das Gemisch unter mechanischer Rührung am Rückflußkühler 6 Stdn. gekocht. Darauf filtrierte man heiß ab und wusch den zurückbleibenden Niederschlag mit heißem Toluol nach. Das Toluol wurde zuerst im Luftbade, die letzten Reste auf dem Wasserbade unter vermindertem Druck abdestilliert und der Rückstand auf Ton gepreßt. Das Rohprodukt (4.8 g) wurde aus Ligroin (Sdp. 40—50°) umkrystallisiert und so das Biphenylensulfid in Nadeln vom richtigen Schmp. 97—98° erhalten. D. R.-P. ist angemeldet. Die Untersuchung wird fortgeführt.

H.Hrn. cand. phil. K. T. Keller und cand. ing. Ringel danke ich für ihre Mitarbeit.

¹⁾ A. 156, 332 [1870].

²⁾ C. 1921, II 265.

³⁾ B. 20, 195 [1887].