

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

Ueber Jodoniumbasen aus o-Jodtoluol

Heilbronner, Martin

1897

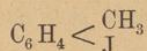
I. Darstellung der Ausgangsprodukte

[urn:nbn:de:bsz:31-280290](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-280290)

Experimenteller Teil.

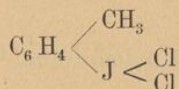
I. Darstellung der Ausgangsprodukte.

1) o-Jodtoluol¹⁾



Eine Lösung von 12 g o-Toluidin in einer Mischung von 50 g konzentrierter Salzsäure und 150 g Wasser wird unter Kühlung mit Eiswasser solange allmählig mit einer Lösung von 9 g Natriumnitrit in 30 ccm Wasser versetzt, bis Jodkaliumstärkepapier gebläut wird. Diese Diazolösung wird dann in einem Kolben mit einer Lösung von 25 g Jodkalium in 50 ccm Wasser versetzt und auf dem Wasserbade solange erwärmt, bis die Stickstoffentwicklung aufgehört hat. Hierauf wird die Lösung alkalisch gemacht und mit Wasserdampf überdestilliert. Das Destillat im Scheidetrichter vom Wasser getrennt, mit Chlorcalcium getrocknet, wird fraktioniert. Siedepunkt 204° C.

2) o-Toluoljodidchlorid²⁾



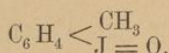
Von dem erhaltenen o-Jodtoluol werden 10 g in Chloroform gelöst, dieses eignet sich besser als Aether. Hierauf leitet man

1) L. Gattermann, Praxis d. org. Chem., p. 187. — Beilstein L. d. org. Chem., Bd. II, p. 55. — Ber. d. d. chem. Ges. 7, p. 1007.

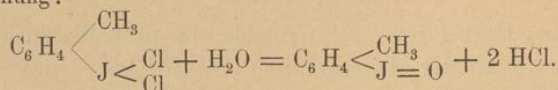
2) L. Gattermann, Praxis d. org. Chem., p. 188.

getrocknetes Chlor ein, nach ungefähr zwei Stunden entsteht ein fester, gelber, krystallinischer Körper, der abgesaugt, mit Chloroform gewaschen und auf dem Tonteller getrocknet wird.

3) o-Jodosotoluol¹⁾

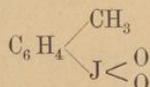


Lässt man auf 4 g Jodidchlorid Natronlauge einwirken und zwar auf 1 g Chlorid 0,5 g Natron in 4 ccm Wasser gelöst und 24h stehen, so zersetzt sich das Chlorid nach folgender Gleichung:



Man saugt ab, wäscht mit Wasser nach und trocknet. Geschieht dies über Schwefelsäure, so verändert sich die Farbe und geht von einer grau-weissen in eine gelbliche über, was auch bei längerem Stehen an der Luft der Fall ist. Ich bemerkte, dass die vorhin angegebene Reaktion sich fast plötzlich vollzieht. Saugt man nämlich das entstandene o-Jodosotoluol, nachdem man es gut ausgewaschen hat ab, und schüttelt dann das getrocknete Jodosotoluol mit unterschwefliger Säure, filtriert und giebt etwas konzentrierte Salpetersäure hinzu, so kann man mit Silbernitrat nur noch Spuren von Chlor nachweisen, ein Beweis, dass sich o-Jodosotoluol sofort gebildet hat.

4) o-Jodotoluol²⁾



Eine bestimmte Menge Jodosotoluol übergiesst man mit

1) Ber. d. d. chem. Ges. 26 p. 357.

2) Ber. d. d. chem. Ges. 26 p. 357.

Wasser, leitet hierauf Wasserdampf ein und zwar so lange bis durch den Kühler kein Oel (o-Jodtoluol) mehr geht. Man lässt nun die klare wässrige Lösung stehen und erkalten bis sich das o-Jodtoluol ausgeschieden hat. Es ist dies eine weisse krystallinische Masse, die bei 210° C. mit schwachem Knall explodiert. Das getrocknete Jodtoluol verändert sich absolut nicht, selbst bei nach so langem Stehen an der Luft.
