

LUDWIK SZPERL i JAROSŁAW BÖHM.

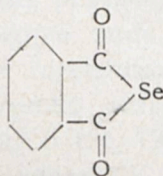
O działaniu selenowodoru na chlorobezwodniki kwasów II.

Selenowodór i chlorek *o*-ftalilu.

Sur l'action de l'hydrogène sélénié sur les chloroanhydrides d'acides II.

(Otrzymano 8.III.1932).

Podobnie, jak poprzednio chlorek benzoylu ¹⁾, poddaliśmy chlorek *o*-ftalilu działaniu suchego selenowodoru, z dodatkiem chlorku glinowego, jako katalizatora, w temperaturze pokojowej. W tych warunkach wytwarza się tylko jeden produkt, zawierający selen, a mianowicie jednoselenek *o*-ftalilu:



Jest to substancja stała barwy żółtej, o temp. topn. 126 — 127°; podczas stygnięcia jej roztworów benzenowych wypada w postaci kryształków iglastych, drogą powolnej krystalizacji z eteru otrzymują się kryształy o wyglądzie krótkich, grubych równoległościaków. Rozpuszcza się łatwo w benzenie, ksylenie, chloroformie, trudniej w alkoholu, jeszcze trudniej w zimnym eterze. Jednoselenek *o*-ftalilu jest to produkt względnie trwały: przechowywany w świetle rozproszonym, widocznej zmiany nie ulega. Dłuższe ogrzewanie jego roztworów alkoholowych, a także działanie ługów, kwasów i wody powoduje rozkład z wydzieleniem selenu.

Próby skondensowania jednoselenku *o*-ftalilu z aniliną na kwas selenoftalanilowy, analogicznie do kondensacji bezwodnika ftalowego z ani-

¹⁾ L. Szperl i W. Wiorogórski, Roczniki Chem. 12, 71 (1932).

liną na kwas ftalanilowy ¹⁾, oraz próby wytworzenia eteru selenoftalowego pod działaniem etylanu sodowego i chlorku benzylu, podobnie do powstawania z tiobezwodnika ftalowego estrów kwasu tioftalowego ²⁾, nie dały rezultatów dodatnich.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA.

Do doświadczeń użyto świeżo przedestylowanego chlorku *o*-ftalilu o temp. wrz. 275—278° (ciśn. 752 mm). Aparatura jak w pracy z chlorkiem benzoylu ³⁾. Przepuszczanie suchego selenowodoru przez 49,3 g chlorku *o*-ftalilu i ok. 0,2 g chlorku glinowego, znajdujących się w szerokiej probówce, zostało zakończone po 8 godzinach, gdy chlorowódór przestał się wydzielać. W czasie reakcji ciecz zabarwia się, dochodząc do koloru brunatno czerwonego, oraz zestala się stopniowo tak, że zatyka otwór rurki, przez którą dopływa selenowódór. Drugą próbę doświadczalną wykonano z 61,5 g chlorku i ok. 0,4 g chlorku glinowego. Przebieg procesu był analogiczny do opisanego wyżej. Pod koniec reakcji zawartość probówki ogrzewano na łaźni wodnej (temp. wody 60—100°). Materiał, otrzymany z obydwóch prób w postaci dosyć twardej masy krystalicznej, przerobiono jednako. Po starannem wyklóceniu z $2n \text{ Na}_2\text{CO}_3$, z którego to roztworu wydzielono następnie 8,6 g i 9,6 g kwasu *o*-ftalowego, pozostałość nierozpuszczoną wysuszono w eksykatorze (ilość materiału: 27,6 g i 44 g) i przez wygotowywanie w benzenie usunięto selen, wodorotlenek glinowy oraz resztki kwasu *o*-ftalowego. Otrzymany po oddestylowaniu benzenu produkt krystaliczny, zawierający domieszki smoliste, roztarto na płytki porowate; po zdjęciu z nich substancję krystalizowano wielokrotnie z gorącego benzenu, dodając węgla aktywnego, aż do ustalenia się temp. topn. 126—127°.

Analiza dała wyniki następujące:

I. Z 0,1426 g substancji otrzymano: 0,2382 g CO_2 i 0,0268 g H_2O ; II. 0,1588 g subst. 0,2647 g CO_2 i 0,0291 g H_2O ; III. Z 0,1395 g subst. 0,2272 g Ag_2SeO_3 ; IV. Z 0,1812 g subst. 0,2948 g Ag_2SeO_3 .

Dla $\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_2\text{Se}$ wyliczono: C — 45,45, H — 1,91, Se — 37,49; Znaleziono I. C 45,56, H 2,10; II. C 45,46, H 2,05; III. Se 37,62; IV. Se 37,58.

Cieźar cząsteczkowy oznaczono w kamforze metodą Rasta:

	Rozczynnik	Związek	Obniżenie	Cieź. cząst.
I	0,0803	0,0078	19,4	198,3
II	0,0542	0,0038	12,9	215,2
III	0,0274	0,0015	10,4	208,5

Cieźar cząsteczkowy wyliczony dla $\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_2\text{Se} = 211,23$.

¹⁾ Auschütz, B. 20, 3214 (1887); Piutti, Abatti, B. 36, 997 (1903).

²⁾ Reissert, Holle, B. 44, 3030 (1911).

³⁾ L. Szperl, W. Wlorogórski, Roczniki Chem. 12, 73 (1932).

Dane powyższe dostatecznie świadczą, że otrzymany produkt jest to jednoselenek *o*-ftalilu.

S t r e s z c z e n i e.

Drogą współdziałania w temperaturze pokojowej chlorku *o*-ftalilu i selenowodoru w obecności chlorku glinowego został otrzymany jednoselenek *o*-ftalilu. Jest to substancja krystaliczna, jasno żółta, topnieje w temp. 126 — 127°, rozpuszcza się dobrze w szeregu zwykłych rozczynników organicznych, gorzej w zimnym eterze. Woda, kwasy, alkalia powodują rozpad z wydzieleniem selenu.

Zakład Chemji Organicznej
Politechniki Warszawskiej.

R é s u m é.

On a obtenu le monosélénure d'*o*-phtalyle, en faisant réagir à la température ambiante le chlorure d'*o*-phtalyle avec l'hydrogène séléne en présence du chlorure d'aluminium. Le monosélénure obtenu est une substance cristalline, jaune clair, P. F. 126 — 127°, bien soluble dans les dissolvants organiques ordinaires, moins soluble dans l'éther froid. Sous l'action de l'eau, des acides et des alcalis il se décompose, en dégageant le séléne.

Laboratoire de Chimie Organique
de l'Ecole polytechnique de Varsovie.
