

## Mittheilungen.

### 298. Julius Beckmann: Ueber einige Derivate des Benzophenon's.

(Zweite Mittheilung).

(Eingegangen am 18. Juli; verles. in der Sitzung von Hrn. Oppenheim.)

Schon vor längerer Zeit (d. Ber. VI, 1112) habe ich mitgetheilt, dass bei Einwirkungen von Schwefelsäure auf Benzophenon neben Benzophenonsulfosäure ein bei 156—187° schmelzender Körper entsteht, von der Formel  $C_{13}H_8SO_3$ .

Um die Constitution dieser Verbindung näher festzustellen, wurde sie fein zerrieben, mit Wasser in eine Röhre eingeschmolzen und mehrere Tage auf 180—200° erhitzt. Nach dem Erkalten zeigte sich das Wasser ganz von langen, dünnen Nadeln durchsetzt, welche schwach gelb gefärbt waren. Dieselben wurden abfiltrirt. Das Filtrat war schwach gelb gefärbt und hatte einen angenehmen, aromatischen Geruch, welcher jedoch bald verschwand, als es auf dem Wasserbade eingedampft wurde.

Die Flüssigkeit reagirte neutral; eine Sulfosäure war also nicht gebildet worden. Nach dem Eindampfen hinterblieb jedesmal nur äusserst wenig, sehr schwer verbrennliche Substanz, welche, mit Natrium geglüht, sich als schwefelhaltig ergab.

Die erwähnten Krystalle wurden aus Aether-Alkohol umkrystallisirt. Es wurden kurze, dicke, vierseitige Säulen erhalten, die citronengelb gefärbt waren, und bei 174—175° schmolzen.

Die Verbrennungsanalyse ergab folgende Zahlen:

	I.	II.
C	64.38	64.25
H	3.80	4.14

Diese Zahlen scheinen zu zeigen, dass man es mit dem unveränderten Produkt, oder mit einem Isomeren —  $C_{13}H_8SO_3$  — zu thun hat. Doch bedarf diese Annahme natürlich noch weiterer Bestätigung.

#### Benzophenondisulfodichlorid.

Es ist mir jetzt gelungen, diese nach dem früher beschriebenen Verfahren dargestellte Verbindung im reinen Zustande zu erhalten.

Das bei der Reaction zwischen Benzophenondisulfosaurem Natron und Phosphorpentachlorid entstandene und durch Waschen mit Eiswasser von den anhaftenden Phosphorverbindungen befreite Dichlorid ist anfangs flüssig und von honiggelber Farbe. Bald wird es zähe und nach einiger Zeit fest.

Getrocknet und mit Schwefelkohlenstoff behandelt, zerfällt es zu einem weissen Pulver. Die ausgewaschene, getrocknete Masse wird aus

Aether umkrystallisirt. Man erhält so mikroskopische, weisse Prismen vom Schmelzpunkt  $121.5^{\circ}$ .

Die Analysen ergaben folgendes:

Berechnet.		Gefunden.			
		I.	II.	III.	IV.
$C_{13}$	41.16	41.59	41.05	41.16	40.99
$H_8$	2.11	4.77	4.12	3.30	2.41
$O_5$	21.11	—	—	—	—
$S_2$	16.89	16.06	16.82	—	—
$Cl_2$	18.73	18.69	19.08	—	—

#### Benzophenondisulfotetrachlorid.

Benzophenondisulfodichlorid wurde mit 4 Molekülen Phosphor-pentachlorid auf den Schmelzpunkt des Letzteren erhitzt, das Produkt der Reaction in Eiswasser gegossen und ausgewaschen. Durch Behandeln mit Schwefelkohlenstoff kann man das Reactionsprodukt in zwei Theile trennen, einen darin Löslichen und einen Unlöslichen. Letzterer stellt wieder eine weisse, amorphe Masse dar.

Aus Chloroform umkrystallisirt erhält man aus ihm glashelle, farblose, rhombische Tafeln, die häufig büschelförmig vereinigt sind. Schmelzpunkt bei  $138^{\circ}$ .

Die Verbrennung und Chlorbestimmung ergaben:

	I.	II.
C	41.27	—
H	3.61	—
Cl	18.28	19.00

Die Analysen zeigen also, dass der in Schwefelkohlenstoff unlösliche Theil noch unverändertes, oder durch Wasser rückgebildetes Benzophenondisulfodichlorid ist.

Der erwähnte, in Schwefelkohlenstoff lösliche Theil wurde zur Trockne verdunstet, und die Masse mit Aether-Alkohol ausgewaschen. Ein weisslicher, amorpher Körper bleibt zurück, vom Schmelzpunkt  $128-129^{\circ}$ , in Aether und Alkohol bedeutend schwerer löslich wie das Dichlorid, aber in Chloroform fast ebenso löslich wie dieses. Die folgende Chlorbestimmung zeigte, dass dieser Körper das Benzophenondisulfotetrachlorid ist.

	Berechnet.	Gefunden.
Cl	32.72	32.35

Dieses Chlorid ist amorph, alle Versuche es zum Krystallisiren zu bringen misslangen.

Ueber ein Sulfhydrat, welches beim Reduciren des Benzophenondisulfodichlorids mit Zinn und Salzsäure entsteht, werde ich hoffentlich in Kürze berichten können.

Vogelsaue bei Elberfeld, 15. Juli 1875.