

mit wenig Wasser gewaschen und aus Alkohol umkrystallisirt. Der Aethyläther bildet lange Nadeln und zeigt in höherer Temperatur ein dem Chlorid entsprechendes Verhalten. Die Nadeln werden teigig bei 120° und beginnen bei 130° zu schmelzen. Die letzten Reste verschwinden aber erst gegen 150° .

Die Analysen ergaben:

C = 40.5 pCt. und 40.4 pCt.; H = 3.5 pCt. und 3.5 pCt.

Die Formel $C_6H_3Cl \begin{matrix} SO_2 \\ CO \end{matrix} OH \cdot OC_2H_5$ verlangt:

C = 40.83 pCt.; H = 3.4 pCt.

Aehnliche Erfahrungen sammelten wir bei Ueberführung des Chlorides in das Amid, welches selbstverständlich in der Form seines Ammoniumsalzes gewonnen wird. Dieses entspricht dem oxaminsauren Ammonium.

Zu seiner Darstellung behandelten wir das Chlorid mit frisch bereitetem alkoholischem Ammoniak und entfernten den sich nach einiger Zeit abscheidenden Salmiak durch Filtration. Zur Verhütung von Verlust wurde derselbe mit alkoholischem Ammoniak gewaschen und die Lösung im Exsiccator verdunstet, der Rückstand neuerdings mit Alkohol extrahirt. Weitere Behandlung mit wenig lauwarmem Wasser lieferte haarfeine, lange Nadeln, welche bei 210° teigig werden, grösstentheils aber bei 230° schmelzen. Spuren schmelzen erst bei 245° .

Die Analysen ergaben folgende Werthe:

C = 33.05 pCt. und 33.03 pCt.; H = 4.03 und 4.2 pCt.

Die Formel $C_6H_3Cl \begin{matrix} SO_2 \\ CO \end{matrix} ONH_4 \cdot NH_2$ verlangt:

C = 33.26 pCt., H = 3.5 pCt.

Bonn, 6. August 1876.

333. C. Böttiger: Ueber Sulfoparabrombenzoësäure.

(Mitgetheilt aus dem chemischen Institut der Universität Bonn.)

(Eingegangen am 11. August.)

In vorstehendem Aufsatze haben Cölln und ich es wahrscheinlich gemacht, dass bei Erwirkung von PCl_5 auf Sulfoparachlorbenzoësäure zwei isomere Monochloride, welchen resp. die Constitutionen $C_6H_3Cl \begin{matrix} SO_2 Cl \\ CO OH \end{matrix}$ und $C_6H_3Cl \begin{matrix} SO_3 H \\ CO Cl \end{matrix}$ zukommen dürften, entstehen. Seite 803 dieser Berichte habe ich Kenntniss von einem hierher gehörigen Körper, hergeleitet von der Sulfoparabrombenzoësäure gegeben. Mittlerweile vorgenommenes, eingehenderes Studium der so gebildeten Reactionsprodukte hat zu folgenden Ergebnissen geführt.

Je nach den Temperaturbedingungen entstehen verschiedene Monochloride. In der Kälte ein bei 176° schmelzendes Chlorid (früher, als bei 155° unter Zersetzung schmelzendes Chlorid beschrieben), welchem sich bei höherer Temperatur ein anderes, bei circa 108° schmelzendes zugesellt. Letzteres konnte ich nicht ganz rein erhalten. Ich bezeichne das erstere Chlorid und die davon derivirenden Substanzen mit dem Buchstaben α , in gleicher Weise die andern mit β .

α Chlorid. Schmilzt bei 176° . Saure Reaction.

α Aethyläther. Schmilzt bei circa 165° . Reagirt sauer.

α Amidammoniumsalz. Schmilzt bei 203° . Löst sich in kalter verdünnter Natronlauge unter Entwicklung von Ammoniak. Diese Lösung oder die Lösung des Ammoniaksalzes liefern auch Zusatz von Salzsäure eine Fällung von

α Amidsäure. Schmilzt bei $252-254^{\circ}$. Lässt sich der wässrigen Lösung mit Aether entziehen. Krystallisirt aus der verdünnten, wässrigen Lösung in langen Nadeln. Löst sich in Ammoniak und giebt dann mit Kupfersulfat Fällung.

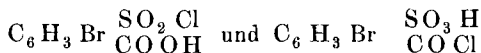
β Chlorid. Wird schneller fest als das α Chlorid. Reagirt sauer. Schmilzt bei circa 108° .

β Aethyläther. Schmilzt bei $90-90\frac{1}{2}^{\circ}$. Krystallisirt in Blättchen. Sublimirt unzersetzt. Löst sich in verdünnter Natronlauge und in Ammoniak. Säuren scheiden den Aether aus dieser Lösung.

β Amidammoniumsalz. Schmilzt bei $125-126^{\circ}$. Krystallisirt aus der lauwarmen, wässrigen Lösung in haarfeinen, langen Nadeln, aus Alkohol in derben Nadeln. Löst sich in verdünnter Natronlauge unter Entwicklung von Ammoniak.

β Amidsäure. Kleine zu Drusen gehäufte Nadelchen, welche bei $229-230^{\circ}$ schmelzen.

Sonderbarer Weise ist es einstweilen nicht gelungen das eigentliche Dichlorid zu erhalten, was um so auffallender sein dürfte, als die Existenz der durch die Formeln



ausgedrückten Verbindungen durch das Vorstehende erwiesen ist.

Zur Platzfrage der Seitenketten der Sulfohalogenbenzoë Säuren kommt nunmehr noch die Bestimmung der Constitution je einer Reihe vorgenannter Verbindungen. Beide Fragen sind nur durch Reductionsversuche zu entscheiden und habe ich solche, sowohl mit Zink als auch Natriumamalgam in Arbeit genommen.

Die Sulfurirung des Parabrombenzoë Säureäthers als solchen gelingt nicht. Zunächst erfolgt Verseifung, alsdann Bildung der Sulfo-parabrombenzoë Säure.

Bonn, 5. August 1876.