

Herr Prof. Groth in Strassburg, welchem wir die nach beiden Methoden erhaltenen Krystalle zusandten, hatte die Freundlichkeit, dieselben durch Herrn Fock messen zu lassen. Die Messung ergab, dass beide krystallographisch identisch sind.

Krystallsystem: monosymmetrisch.

$$a : b : c = 1.1483 : 1 : 1.4075. \quad \beta = 54^\circ 59'.$$

Tafelartige Krystalle, mit vorherrschender Basis o P (001) und folgenden untergeordneten Flächen: ∞ P (110), ∞ P 2 (120), ∞ P ∞ (010), P (212), P 2 ($\bar{1}22$), $\frac{1}{2}$ P ($\bar{1}12$), P ∞ ($\bar{1}01$), $\frac{1}{2}$ P ∞ (012), ∞ P ∞ (100).

Keine deutliche Spaltbarkeit, optische Axenebene, Symmetrieebene.

Zürich, V. Meyer's Laboratorium.

285. W. Michler u. G. Blattner: Notiz über Nitrirung von Benzolsulfanilid.

(Eingegangen am 26. Mai; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Die folgenden Versuche wurden in der Absicht unternommen, durch Nitrirung von Sulfaniliden mit rauchender Salpetersäure hoch nitrierte Nitrokörper zu erhalten, durch deren Zersetzung sich entsprechend substituirte Aniline erwarten liessen. Obgleich nun unsere Versuche noch nicht abgeschlossen sind, so wollen wir doch diese vorläufig mittheilen, da wir auf einige Zeit an der weitem Bearbeitung unseres Themas gehindert sind.

Wir haben zunächst Benzolsulfanilid in Angriff genommen. Dasselbe wurde in rothe rauchende Salpetersäure eingetragen; die Einwirkung erfolgt sehr heftig. Nach dem Eintragen wurde noch einige Zeit auf dem Wasserbade erwärmt, bis keine rothen Dämpfe mehr entwichen. Beim Erkalten schied sich der Nitrokörper in schönen, grossen Krystallen aus; dieselben wurden abfiltrirt, mit Wasser gewaschen und mehrmals aus Eisessig umkrystallisirt. Hierbei wurden kleine, schwachgelbe Nadeln erhalten, die bei 210° schmelzen. Dieselben sind schwer löslich in Alkohol, leichter in siedendem Alkohol und Eisessig. Die Analysen gaben Zahlen, die für ein dreifach nitriertes Benzolsulfanilid stimmen:

	$C_6 H_4 (NO_2) \dots SO_2 \dots NH C_6 H_3 (NO_2)_2$ oder		
	$C_6 H_3 (NO_2)_2 \dots SO_2 \dots NH C_6 H_4 (NO_2)$.		
	Gefunden		Berechnet
C	39.66	39.20 pCt.	39.13 pCt.
H	2.36	2.44 -	2.18 -
S	8.53	8.76 -	8.70 -

im offenen Gefäss, so ist die Umwandlung derselben zu Tetraphenylharnstoff eine vollständige. Durch Ausziehen des Reactionsprodukts mit Alkohol, Verdunsten des letzteren und mehrmaliges Umkrystallisiren des Rückstandes aus Alkohol wird alsdann Tetraphenylharnstoff leicht rein erhalten.

Die salpetersaure, abfiltrirte Flüssigkeit gab beim Versetzen mit Wasser nochmals eine reichliche Abscheidung dieses Körpers. Das Filtrat hiervon wurde zur Trockne verdampft; die wässrige Lösung derselben zeigte saure Reaction. Dieselbe wurde mit Barytlauge neutralisirt und beim Eindampfen wurde ein Barytsalz erhalten, dessen Analyse auf mononitrobenzolsulfosaures Barium stimmt.

	Gefunden		Berechnet
Ba	25.17	25.33 pCt.	25.32 pCt.

Nach den Versuchen von Limpricht¹⁾ war zu erwarten, dass wir ein Gemenge aller drei Sulfosäuren in Händen hatten. Wir haben deshalb das Barytsalz in das Natriumsalz übergeführt und durch Behandlung desselben mit Fünffachchlorphosphor die Sulfochloride hergestellt und diese mit concentrirtem Ammoniak in die Sulfamide übergeführt. Bei der fractionirten Krystallisation aus Wasser erhielten wir als Hauptprodukt Orthomononitrobenzolsulfamid vom Schmpkt. 186°; durch wiederholtes Umkrystallisiren aus Wasser konnten wir den Schmelzpunkt bis 191° erhöhen; [Limpricht²⁾ fand 186°, Bahlmann³⁾ 188°]. In geringer Quantität erhielten wir Metamononitrobenzolsulfamid vom Schmpkt. 161°; dagegen konnten wir bis jetzt nicht Paranitrobenzolsulfamid nachweisen; wahrscheinlich wird sich diese Verbindung noch auffinden lassen, wenn auch in geringer Quantität, bei Anwendung einer grösseren Menge als Ausgangsmaterial; wir hatten nur 50 g Barytsalz in Arbeit genommen.

Bei Anwendung von Salpetersäure und Schwefelsäure bildet sich derselbe Nitrokörper, jedoch in sehr geringer Menge, dagegen mehr Sulfosäuren.

Ausserdem bilden sich hiebei noch schwefelfreie Produkte, deren chemische Natur wir bisher noch nicht mit Sicherheit feststellen konnten.

Zürich, V. Meyer's Laboratorium.

286. W. Michler u. G. Moro: Verhalten von Aminen gegen Sulfochloride.

I. Mittheilung.

(Eingegangen am 26. Mai; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Trichlormethylsulfochlorid und Dimethylanilin.

Dimethylanilin wurde in einem Kolben erwärmt und in kleinen Portionen Trichlormethylsulfochlorid zugesetzt. Die Reaction beider Körper erfolgt schon sehr energisch bei Wasserbadwärme. Unter Ent-

¹⁾ Limpricht, Ann. Chem. Pharm. 177, 60.

²⁾ Ebendasselbst 177, 66.

³⁾ Bahlmann, Ann. Chem. Pharm. 186, 326.