

jedoch der Unterschied zwischen den Schmelzpunkten auch nur annähernd ein so grosser wie beim Dibenzoyldiamidodibromdiphenyl, und ferner ist ein zweimaliges Schmelzen in demselben Capillarröhrchen meines Wissens bis jetzt noch nicht beobachtet. Ueber das chemische Verhalten des Dibenzoyldiamidodibromdiphenyls werde ich in der nachstehenden Abhandlung berichten.

### 519. Eug. Lellmann: Ueber einige Derivate des Diphenyls.

[Mittheilung aus dem chem. Hauptlaborat. der Universität Tübingen.]

(Eingegangen am 27. November; verl. in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Das von Fittig<sup>1)</sup> beschriebene Dibromdiphenyl (Schmelzp. 164°) giebt je nach der Stärke der angewandten Salpetersäure drei Nitroprodukte, von denen die Dinitroverbindung von Fittig selbst dargestellt wurde.

#### Mononitrodibromdiphenyl, $C_6H_4Br \cdot C_6H_3BrNO_2$ .

Es ist mit Schwierigkeiten verknüpft, in das Dibromdiphenyl eine Nitrogruppe einzuführen. Trägt man diese Substanz in Salpetersäure von wechselnden Concentrationsgraden ein, so wird man stets entweder ein nicht nitrirtes Produkt oder das Dinitrodibromdiphenyl erhalten; es liegt das wahrscheinlich daran, dass das Dibromdiphenyl aus zwei ganz gleichen Gruppen zusammengesetzt ist, und wenn die Säure so concentrirt ist, dass sie eine Gruppe anzugreifen vermag, so wirkt sie auch zugleich auf die andere ein. Um zu einem Mononitroprodukt zu gelangen, empfiehlt sich folgende Vorschrift: man löst Dibromdiphenyl in heissem Eisessig, filtrirt nach dem Erkalten die ausgeschiedenen Krystalle ab und versetzt die Lösung mit einem gleichen Volumen einer Salpetersäure vom specifischen Gewichte 1.52; die hierbei auftretende Erwärmung scheint günstig zu wirken. Man fällt sodann mit Wasser und zieht das erhaltene Nitroprodukt mit Alkohol von 40 bis 50° Wärme aus; hierbei geht das Mononitrodibromdiphenyl in Lösung, während etwas nicht angegriffenes Dibromdiphenyl zurückbleibt. Die Lösung dampft man zur Krystallisation ein und erhält die gewünschte Verbindung als einen gelblichen Krystallbrei, welcher die ganze Flüssigkeit ausfüllt. Nach wiederholtem Umkrystallisiren aus heissem Alkohol zeigt die Substanz den Schmelzpunkt 127°; sie löst sich leicht in Alkohol, noch leichter in Benzol und Eisessig. Da das Dibromdiphenyl in Eisessig schwer löslich ist, so ist die Ausbeute an Mononitrodibromdiphenyl eine geringe.

<sup>1)</sup> Ann. Chem. Pharm. 132, 204.

Die Analyse ergab:

	Gefunden	Berechnet für $C_{12}H_7Br_2NO_2$
C	40.20	40.34 pCt.
H	2.31	1.96 »
Br	44.41	44.82 »
N	4.08	3.92 »
O	—	8.96 »
		100.00 pCt.

Trinitrodibromdiphenyl,  $C_6H_3BrNO_2 \cdot C_6H_2Br(NO_2)_2$ .

Löst man Dibromdiphenyl in einem sehr grossen Ueberschusse der stärksten rauchenden Salpetersäure (spec. Gew. 1.55) und lässt die Lösung 24 Stunden in der Kälte stehen, so bildet sich Trinitrodibromdiphenyl; hat man zu wenig Salpetersäure in Anwendung gebracht, so krystallisirt das schwer lösliche Dinitroprodukt aus und entzieht sich der weiteren Einwirkung. Man reinigt das Trinitrodibromdiphenyl, indem man das mit Wasser ausgefällte Produkt aus viel heissem Alkohol umkrystallisirt. Die Verbindung bildet, so erhalten, kleine, farblose Nadeln, die sich in Alkohol schwer, leichter in Benzol lösen und bei  $177^0$  schmelzen.

	Gefunden	Berechnet für $C_{12}H_5Br_2N_3O_6$
C	32.09	32.30 pCt.
H	1.29	1.12 »
N	9.72	9.39 »

Dibenzoyldiamidodibromdiphenyl,  $(C_6H_3BrNHCOC_6H_5)_2$ .

Diese Verbindung bildet sich bei der Einwirkung von überschüssigem Benzoylchlorid auf das durch Reduktion von Dinitrodibromdiphenyl entstehende Diamidodibromdiphenyl. Die Reaktion geht bei  $100^0$  leicht vor sich; als Nebenprodukt bildet sich salzsaures Diamidodibromdiphenyl. Das Gemisch wurde mit Sodalösung behandelt, um das überschüssige Benzoylchlorid zu entfernen, sodann mit kaltem Alkohol gewaschen, um die nicht umgesetzte Base aufzunehmen, und schliesslich aus heissem Alkohol umkrystallisirt. Die Analyse bestätigte die erwartete Formel.

	Gefunden	Berechnet für $C_{26}H_{18}Br_2N_2O_2$
N	5.51	5.09 pCt.
Br	29.50	29.09 »

Ueber die physikalischen Eigenschaften dieser Verbindung habe ich in der vorhergehenden Abhandlung berichtet.