

	Gefunden	Berechnet
C	39.09	38.28 pCt.
H	1.63	1.28 »
N	13.71	13.40 »
Cl	11.00	11.29 »

Das Trinitrochlornaphtol ist eine starke Säure und giebt mit Basen lösliche, krystallisirende, orange gefärbte Salze.

Das Baryumsalz,  $(C_{10}H_3(NO_2)_3ClO)_2Ba + 2H_2O$ , ist sehr schwer löslich auch in kochendem Wasser und krystallisirt in kleinen, ziegelrothen Nadeln. Das über Schwefelsäure getrocknete Salz verlor bei  $115^\circ$  3.91 pCt. Wasser ( $2H_2O = 4.51$  pCt.) und gab

	Gefunden	Berechnet
C	30.54	30.08 pCt.
H	1.69	1.27 »
Ba	16.89	17.17 »

Das Kaliumsalz bildet kleine in kaltem Wasser schwer lösliche Nadeln. Das Silbersalz sowie das Bleisalz ist schwer löslich und krystallisirt in Nadeln. Das Calciumsalz bildet dünne rectanguläre Tafeln und ist viel leichter löslich wie das Baryumsalz.

Upsala, Universitäts-Laboratorium.

#### 140. P. T. Cleve: Ueber 1:4-Nitronaphtalinsulfonsäure.

(Eingegangen am 24. März.)

Bei der Nitrirung der Naphtalin- $\alpha$ -sulfonsäure bildet sich in grösster Menge die 1:5-Nitrosulfonsäure und in geringer Menge die noch nicht isolirte 1:8-Säure. Um die letztere Säure darzustellen, habe ich grössere Mengen des Natriumsalzes der Naphtalin- $\alpha$ -sulfonsäure nitriert und dabei eine dritte Säure erhalten, welche durch Reduction Naphionsäure giebt und somit die 1:4-Säure sein muss.

Ich verfuhr folgendermaassen: Ein Kilogramm des Natriumsalzes wurde allmählich in eine Mischung von 750 g Salpetersäure von 1.4 spec. Gewicht und 500 g derselben Säure von 1.5 spec. Gewicht eingetragen. Nachher wurde die Masse mit Wasser verdünnt, mit Kreide neutralisirt und kochend heiss filtrirt. Beim Erkalten setzten sich grosse Mengen des Calciumsalzes der 1:5-Säure ab. Die Mutterlauge wurde eingedampft und die so erhaltenen Calciumsalze umkrystallisirt und mit Schwefelsäure zersetzt. Die Lösung wurde zum Krystallisiren eingedampft. Beim Erkalten schieden sich kleine Krystalle der

1:5-Säure ab, welche abgesaugt wurden. Die Mutterlauge der Säure wurde mit kohlensaurem Kali neutralisirt. Nach dem Verdampfen wurden mehrere Fractionen von Kaliumsalzen erhalten, welche alle durch Phosphorpentachlorid in Sulfonchloride übergeführt wurden. Die ersten Fractionen gaben fast reines Chlorid der 1:5-Säure, die folgenden gaben Mischungen, woraus durch Krystallisiren aus Benzol und Ligroin schliesslich das bei  $99^{\circ}$  constant schmelzende Chlorid der 1:4-Säure erhalten wurde. Die Mutterlauge der Calciumsalze wurde mit kohlensaurem Kali gefällt und eingeengt. Nach dem Erkalten krystallisirte viel Salpeter aus. Die Lösung wurde nach dessen Entfernung mit Chlorbaryum versetzt, filtrirt und eingedampft. Schliesslich krystallisirten daraus spitzzige Nadeln, welche das Kaliumsalz der 1:8-Säure waren.

Das Chlorid der 1:4-Säure wurde mit Barytwasser gekocht und aus dem Baryumsalz die Säure mit Schwefelsäure erhalten. Die Säure ist leicht löslich, stark sauer und bildet gelbliche, leicht lösliche krystallinische Massen.

Das Kaliumsalz,  $C_{10}H_6NO_3SO_3K$ , ist wasserfrei und krystallisirt in dünnen, silberglänzenden Nadeln, welche in heissem Wasser leicht, in kaltem aber schwer löslich sind.

	Gefunden	Berechnet
K	13.35	13.44 pCt.

Das Natriumsalz,  $C_{10}H_6NO_2SO_3Na + H_2O$ , bildet sehr leicht lösliche, dünne Nadeln.

	Gefunden	Berechnet
Na	7.71	7.85 pCt.
H <sub>2</sub> O	6.03	6.14 »

Das Silbersalz,  $C_{10}H_6NO_2SO_3Ag$ , krystallisirt in ziemlich leicht löslichen, kleinen gelben Nadeln.

	Gefunden	Berechnet
Ag	29.12—29.10	29.94 pCt.

Das Calciumsalz,  $[C_{10}H_6NO_2SO_3]_2Ca + 2H_2O$ , schießt in silberglänzenden Blättchen an und bedarf zu seiner Auflösung 37 Theile Wasser von  $17^{\circ}$  und 16 Theile Wasser von  $100^{\circ}$ .

	Gefunden	Berechnet
Ca	6.89	6.89 pCt.
H <sub>2</sub> O	6.28	6.21 »

Das Baryumsalz,  $[C_{10}H_6NO_2SO_3]_2Ba + H_2O$ , krystallisirt in kleinen Nadeln, die sich in 66 Theilen kalten und 33 Theilen kochenden Wassers auflösen.

	Gefunden	Berechnet
Ba	20.18	20.79 pCt.
H <sub>2</sub> O	2.57	2.73 »

Das Bleisalz,  $[\text{C}_{10}\text{H}_6\text{N O}_2\text{S O}_3]_2, \text{Pb} + 6\text{H}_2\text{O}$ , ist leicht löslich und setzt sich in warzenähnlichen Aggregaten ab.

	Gefunden	Berechnet
$\text{H}_2\text{O}$	7.62	7.06 pCt.

Der Aethyläther,  $\text{C}_{10}\text{H}_6\text{N O}_2\text{S O}_3 \cdot \text{C}_2\text{H}_5$ , wurde durch Zersetzung des Silbersalzes mit Aethyljodid dargestellt. Er krystallisirt aus Alkohol in ziemlich grossen Prismen, welche bei  $93^\circ$  schmelzen.

	Gefunden	Berechnet
C	51.21	51.25 pCt.
H	4.12	3.91 »

Der Methyläther,  $\text{C}_{10}\text{H}_6(\text{NO}_2)\text{SO}_3 \cdot \text{CH}_3$ , bildet kleine, in Alkohol schwerlösliche Nadeln, welche bei  $117^\circ$  schmelzen.

	Gefunden	Berechnet
C	49.68	49.44 pCt.
H	3.54	3.37 »

Das Chlorid,  $\text{C}_{10}\text{H}_6(\text{NO}_2)\text{SO}_2\text{Cl}$ , krystallisirt aus Chloroform oder Benzol in grossen, gelblichen Prismen, welche bei  $99^\circ$  schmelzen.

	Gefunden	Berechnet
C	44.11	44.20 pCt.
H	2.53	2.21 »
Cl	12.79	13.07 »
S	12.01	11.79 »

Das Amid,  $\text{C}_{10}\text{H}_6\text{NO}_2\text{SO}_2\text{NH}_2$ , wurde durch Kochen des Chlorids mit alkoholischem Ammoniak erhalten. Es scheint dimorph zu sein und krystallisirt in kleinen Octaëdern oder Schuppen. Es schmilzt bei  $188^\circ$ .

	Gefunden	Berechnet
N	11.07	11.11 pCt.

Das Disulfid,  $[\text{C}_{10}\text{H}_6\text{N O}_2]_2\text{S}_2$ , bildet sich beim Kochen einer Lösung des Chlorids in Eisessig mit Jodwasserstoffsäure.

Grünlich gelbe, sehr schwer lösliche Schuppen, welche bei  $186^\circ$  schmelzen.

	Gefunden	Berechnet
N	7.00	6.86 pCt.

#### 1:4-Amidonaphtalinsulfonsäure.

Das Kaliumsalz der Nitrosäure wurde mit Schwefelammonium reducirt und mit Salzsäure gefällt. Aus der Amidosäure wurde das Natriumsalz dargestellt. Es krystallisirte in grossen Tafeln, welche 4 Moleküle Wasser enthielten.

	Gefunden	Ber. für $C_{10}H_6NH_2SO_3Na + 4H_2O$
Na	7.25	7.26 pCt.
H <sub>2</sub> O	22.68	22.71 »

Die Krystalle waren, nach einer von Hrn. H. Bäckström ausgeführten Vergleichung, vollständig identisch mit dem Natriumsalz der Naphtionsäure, aus Nitronaphtalin mit schwefliger Säure dargestellt.

Die Amidosäure war somit identisch mit der Naphtionsäure oder 1:4-Amidonaphtalinsulfonsäure.

#### Amid der Naphtionsäure, $C_{10}H_6NH_2SO_2NH_2$ .

Das Amid der Nitrosäure wurde mit Eisessig, Jodwasserstoffsäure und Phosphor gekocht, und nachher wurde die Lösung mit Ammoniak gefällt. Das Amid krystallisirt aus Alkohol, bildet bräunlich gelbe Nadeln, welche bei  $206^{\circ}$  schmelzen.

	Gefunden	Berechnet
C	53.99	54.04 pCt.
H	4.47	4.50 »
N	12.73	12.61 »

Das Hydrochlorat,  $C_{10}H_6(NH_2HCl)SO_2NH_2$ , bildet kleine, farblose und sehr schwer lösliche Krystallnadeln, welche wasserfrei sind.

	Gefunden	Berechnet
Cl	13.57	13.70 pCt.

Das Acetamido-Naphtalinsulfonsäureamid,  $C_{10}H_6(NHCO.CH_3)SO_2NH_2$ , bildet sich leicht beim Erhitzen des Amids mit Acetanhydrid. Es krystallisirt aus Alkohol in kleinen, farblosen Krystallnadeln, welche bei  $241^{\circ}$  schmelzen.

	Gefunden	Berechnet
C	54.97	54.54 pCt.
H	5.19	4.54 »
N	9.86	10.61 »

Upsala. Universitäts-Laboratorium.