

217. C. Willgerodt: *s*-Trinitrosophenyl-*p*-bromazobenzol  
 der Formel  $C_6H_2(\overset{6}{NO})(\overset{4}{NO})(\overset{2}{NO}) \cdot \overset{1}{N_2} \cdot C_6H_4\overset{4}{Br}$ .

(Eingegangen am 25. April.)

Das symmetrische Trinitrosophenyl-*p*-bromazobenzol entsteht durch Reduction von: 1. Pikryl-*p*-bromphenylhydrazin, 2. Trinitrophenyl-*p*-bromazobenzol, 3. Dinitronitrosophenyl-*p*-bromazobenzol und 4. Mononitrodinitrosophenyl-*p*-bromazobenzol. — Alle diese Körper gehen, wenn sie einige Stunden mit einer Jodkalium-Eisessiglösung am Rückflusskühler gekocht werden, in ein und dieselbe Substanz, das Trinitrosophenyl-*p*-bromazobenzol, über. — Der Schmelzpunkt der Nitroverbindungen steigt, der der Nitro-nitrosoverbindungen fällt durch den Reducionsprocess. Wird das Trinitro-*p*-bromazobenzol total nitrosirt, so steigert sich der Schmelzpunkt von  $170.5^{\circ}$  auf  $215^{\circ}$ ; reducirt man das bei  $269^{\circ}$  schmelzende Dinitronitrosophenyl-*p*-bromazobenzol bis zur Trinitrosoverbindung, so fällt sein Schmelzpunkt um  $54^{\circ}$ .

Wenngleich für die Reduction einer Nitrogruppe zur Nitrosogruppe — falls das freiwerdende Jod nicht mit in Reaction tritt — zwei Moleküle Jodkalium erforderlich sind, so wurde dennoch fast bei allen zur Ausführung gelangenden Versuchen ein Ueberschuss des Reducionsmittels gegeben, um das sich ausscheidende Jod in Lösung zu halten. Je ein Theil der Pikryl- und Trinitrophenylverbindung wurde mit ca. 3.3, je ein Theil des Dinitro- und Mononitroazoproductes dagegen mit ungefähr 2.5 Theilen Jodkalium behandelt. — Nach Beendigung der Reaction wurden die durch das freie Jod dunkelbraun gefärbten Lösungen mit viel Wasser versetzt und dadurch die reducirte Substanz ausgefällt; nach dem Auswaschen mit Wasser ist dieselbe vollständig rein.

Das Trinitrosophenyl-*p*-bromazobenzol krystallisirt man am besten aus Eisessig um, wodurch man dasselbe in blassgelben Nadeln erhält, die bei  $215^{\circ}$  schmelzen; es ist überdies in kochendem Alkohol und Benzol löslich; sehr leicht wird es von Chloroform, sehr schwierig von Aether aufgenommen. Eine mit dem Trinitroso-*p*-bromazobenzol ausgeführte Verbrennung lieferte folgende Daten:

	Gefunden	Ber. für $C_{12}H_6BrN_5O_3$
C	41.6	41.4 pCt.
H	1.9	1.7 »

Freiburg i. Br., den 23. April 1891.