

Die Verbindung SO_2NAg ist ihrer Zusammensetzung und Entstehung nach als das Silbersalz des Imids der Schwefelsäure, des Sulfimids, aufzufassen.

Der Körper ist in kaltem Wasser sehr schwer löslich; in heissem Wasser löst er sich in grösserer Menge. Von nicht allzu verdünnter Salpetersäure wird er leicht gelöst.

Seine Lösung wird durch Baryumnitrat nicht gefällt. Auch nach dem Ausfällen des Silbers mit Salzsäure entsteht mit Baryumsalzen kein Niederschlag. Erst nach sehr langem Kochen der mit Salzsäure stark angesäuerten Lösung fällt Baryumsulfat aus.

Beim Erhitzen zersetzt sich das Salz vollständig. Es hinterbleibt metallisches Silber, gemengt mit wenig schwefelsaurem Silber.

Ueber die anderen Salze des Sulfimids, sowie über dieses selbst soll in einer späteren Mittheilung berichtet werden.

Berlin, II. chem. Institut d. Universität.

363. P. T. Cleve: Ueber 1, 2-Dicyannaphtalin und 1, 2-Naphthalin-Dicarbonsäure.

(Eingegangen am 23. Juli; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. H. Jahn.)

Dicyannaphtalin, $\text{C}_{10}\text{H}_6(\text{CN})_2$.

Das Kaliumsalz der 1, 2 - Chlorsulfonsäure¹⁾ und entwässertes Blutlaugensalz wurden unter Durchleiten eines raschen Stromes von Kohlensäuregas in einem flachen Destillirgefäss von Kupfer erhitzt. Ein gelbliches, krystallinisches Nitril, etwa 12 pCt. des Kaliumsalzes, wurde dabei erhalten. Man reinigt das Rohproduct durch Krystallisiren aus Benzol oder am besten aus Amylalkohol. Ganz rein wird es durch Sublimiren in mehrere Centimeter langen, glänzenden, farblosen Nadeln erhalten. Aus Benzol scheidet es sich in asbestähnlichen, biegsamen Nadeln aus. Es schmilzt bei 190° . Es löst sich schwer in Alkohol, leichter in Chloroform, Benzol, Eisessig und Amylalkohol. — Wasserstoffsperoxyd übt keine Einwirkung auf das Nitril aus.

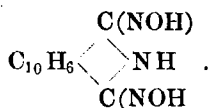
	Gefunden	Berechnet
N	16.15	15.73 pCt.

¹⁾ Diese Berichte XXIV, 3474.

Einwirkung von Hydroxylamin auf 1, 2-Dicyannaphtalin.

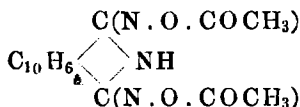
Man löst in Alkohol 1 Molekül Dicyannaphtalin und giebt zu der Lösung 2 Moleküle Hydroxylaminchlorhydrat und 1 Molekül Natriumcarbonat in Wasser gelöst. Man erhitzt die Lösung mehrere Stunden auf dem Wasserbad. Dabei setzt sich ein gelbliches, krystallinisches, schweres Krystallpulver allmählich ab. Die Lösung giebt nach dem Concentriren eine leicht lösliche Substanz, welche nicht untersucht wurde. Die schwer lösliche Verbindung schmilzt bei 260° und löst sich nur spurenweise in Alkohol, Benzol und Chloroform.

Die Analyse zeigte, dass die Verbindung kein Amidoxim war, sondern ein Dioxim-imid der Naphtalindicarbonsäure von der Zusammensetzung



	Gefunden	Berechnet
C	63.68	63.44 pCt.
H	4.39	3.96 >
N	18.36	18.50 >

Mit Acetanhydrid giebt diese Verbindung ein Diacetylderivat



Erwärmt man die Verbindung mit Acetanhydrid, so löst sie sich leicht und man erhält nach dem Erkalten eine krystallinische Masse, welche man aus Alkohol krystallisirt. Man erhält mikroskopische, radialgruppirte Nadeln, welche bei 213° schmelzen.

	Gefunden	Berechnet
C	61.65	61.74 pCt.
H	4.48	4.18 >
N	13.49	13.51 >

1, 2-Naphtalindicarbonsäure, $\text{C}_{10}\text{H}_6(\text{COOH})_2$.

Das Dicyannaphtalin wurde mit Kalilauge und Amylalkohol mehrere Stunden erhitzt. Der Rückstand wurde mit Wasser gemengt, der Amylalkohol separirt und die Lösung mit Salzsäure versetzt. Es fällt ein sehr schwerlösliches saures Kaliumsalz mit dem Amid der Säure gemengt nieder. Man löst in Sodalösung, filtrirt vom Amid ab und dampft die Lösung mit überschüssiger Salzsäure ein. Die Säure scheidet sich beim Erkalten als ein schwerlösliches, krystallinisches Pulver aus. Um die Säure ganz rein zu bekommen, wurde sie sublimirt und das Anhydrid mit Wasser mehrere Stunden gekocht. Die

reine Säure bildet ein schweres Pulver von wohlausgebildeten kleinen Krystallen. Sie ist in kaltem Wasser schwerlöslich, aber löst sich in heissem Wasser ziemlich leicht. Sie schmilzt bei 175° und geht dabei in Anhydrid über.

	Gefunden	Berechnet
C	66.50	66.67 pCt.
H	4.02	3.70 »

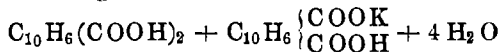
Das Anhydrid, $C_{10}H_6(CO)_2O$, bildet sich beim Erhitzen der Säure oder bei deren Behandlung mit Phosphorpentachlorid. Das Anhydrid sublimirt in langen, farblosen Nadeln, welche bei 165° schmelzen. Es ist in Wasser fast unlöslich, geht aber beim Kochen allmählich in Säure über. In Benzol löst es sich leicht.

	Gefunden	Berechnet
C	72.72	72.72 pCt.
H	3.30	3.03 »

Das Anhydrid gleicht sehr dem Phtalsäureanhydrid. Mit Phenol und Zinkchlorid erhitzt giebt es ein in feinen, farblosen Nadeln krystallisirendes Phtalein, welches von Alkalien schön fuchsinroth gefärbt wird. Mit Resorcin und Zinkchlorid erhitzt giebt es ein intensives Fluorescein und mit Pyrocatechin ein wasserlösliches Product, welches sich in Alkalien mit grünlicher Farbe löst.

Erhitzt man das Anhydrid mehrere Stunden mit Phosphorpentachlorid auf 180° bis 190°, so geht es in das Chlorid über. Das Chlorid wurde beim Destilliren zersetzt. Es ist fest und krystallisirbar.

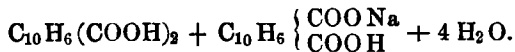
Das Kaliumsalz. Das neutrale Salz ist sehr leichtlöslich und krystallisirt in tafelförmigen Krystallen aus einer syrupsdicken Lösung. — Giebt man zu der Lösung Essigsäure, so scheidet sich augenblicklich ein schwer löslicher, krystallinischer Niederschlag aus, welcher die Zusammensetzung



hat.

	Gefunden	Berechnet
K	7.66	7.21 pCt.
H ₂ O	12.93	13.28 »

Das Natriumsalz ist auch sehr leicht löslich und krystallisirt aus syrupsdicker Lösung. Die Lösung des neutralen Salzes giebt mit Essigsäure schwerlösliche, kleine Krystallnadeln des Salzes



	Gefunden	Berechnet
Na	4.40	4.37 pCt.
H ₂ O	13.17	13.69 »

Das Ammoniumsalz ist auch sehr leicht löslich.

Das Silbersalz ist ein unlöslicher, amorpher, weisser Niederschlag.

Das Magnesiumsalz bildet eine gummiähnliche Masse.

Das Calciumsalz, $C_{10}H_6C_2O_4Ca + H_2O$, dargestellt durch Kochen einer Lösung der Säure mit Calciumcarbonat, ist sehr schwerlöslich und scheidet sich beim Einengen der Lösung in der Wärme als kleine, tafelförmige Krystalle ab.

	Gefunden	Berechnet
Ca	14.96	14.70 pCt.
H ₂ O	6.84	6.61 »

Das Baryumsalz, $C_{10}H_6C_2O_4Ba$, wie das Calciumsalz erhalten, bildet sehr schwerlösliche kleine, quadratische Tafeln.

	Gefunden	Berechnet
Ba	38.45	39.03 pCt.

Ein saures Salz, $(C_{10}H_6COOH \cdot CO_2)_2Ba + 8H_2O$, wurde einmal erhalten beim Kochen der Lösung des sauren Natriumsalzes mit Baryumcarbonat. Es bildete feine, biegsame, schwer lösliche Nadeln. Ueber Schwefelsäure getrocknetes Salz gab:

	Gefunden	Berechnet
Ba	19.67	20.18 pCt.
H ₂ O	21.34	21.21 »

Das Bleisalz ist ein weisser, flockiger, voluminöser Niederschlag.

Das Kupfersalz, $C_{10}H_6C_2O_4Cu$. Durch Kochen von Kupferoxydhydrat mit einer Lösung der Säure bekommt man ein schön smaragdgrünes, fast unlösliches, undurchsichtiges, nicht krystallinisches Pulver, welches bei 100° getrocknet wasserfrei war.

	Gefunden	Berechnet
Cu	22.76	22.84 pCt.

Das Amid, $C_{10}H_6(CONH_2)_2$.

Das Dicyannaphthalin löst sich leicht in Alkohol, mit Natronlauge gemengt, ohne Ammoniak abzugeben. Nach Zusatz von Wasser und Verjagung des Alkohols bekommt man kleine, rhombische, tafelförmige Krystalle, oft zu halbkugelähnlichen Aggregaten vereinigt. Die Krystalle sind natronfrei, lösen sich wenig in Wasser, fast nicht in Alkohol, aber leicht in Natronlauge. Die Lösung in Natronlauge giebt mit Salzsäure einen Niederschlag von kleinen tafelförmigen Krystallen, welche wahrscheinlich ein Monochlorhydrat sind. — Das Amid schmilzt bei 265°, giebt dabei Ammoniak ab und verwandelt sich in das Imid.

	Gefunden	Berechnet
C	66.98	67.29 pCt.
H	4.97	4.67 »
N	13.13	13.08 »

Das Imid, $C_{10}H_6(C_2O_2NH)$.

Erhitzt man das Amid in einem Glaskölbchen, so sublimirt das Imid in gelben, mehrere Centimeter langen Nadeln. Es löst sich schwer in Benzol und in Chloroform, aber ziemlich leicht in kochendem Eisessig. Es schmilzt bei 224° . Mit Resorcin und Zinkchlorid giebt es ein prachtvolles Fluorescein.

	Gefunden	Berechnet
C	73.00	73.09 pCt.
H	3.85	3.55 »
N	7.16	7.11 »

Upsala. Universitäts-Laboratorium.

364. P. T. Cleve: Beiträge zur Kenntniss der Monochlor-naphtalinsulfonsäuren.

(Eingegangen am 23. Juli; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. H. Jahn.)

Theoretisch sind 7 α - und 7 β -Chlorsulfonsäuren möglich und man kennt gegenwärtig 6 der α -Säuren und 2 der β -Säuren.

Die bisher bekannten α -Säuren sind:

1:2 - Säure, von mir 1891 aus 1:2 - Amidosulfonsäure erhalten (diese Berichte XXIV, 3474).

1:3 - Säure, von mir 1888 aus der entsprechenden Amidosäure bekommen (diese Berichte XXI, 3273).

1:4 - Säure, von Arnell (Bull. XXXIX, 62; diese Berichte XVII, Ref. 47; Öfvers. af K. Svenska Vet. Akad. Förhandl. 1883, No. 3, S. 63) durch Einwirkung von Schwefelsäure auf α -Monochlornaphtalin 1883 erhalten, von mir 1886 (diese Berichte XX, 73) aus Naphthionsäure dargestellt.

1:5 - Säure, von mir 1886 aus 1:5 - Amidosulfonsäure (diese Berichte XX, 72), von Arnell 1889 (Bidrag ties kändedom om Naftalins Klorsulfosyror Inaug. Diss. Upsala 1889, S. 9) aus α -Monochlornaphtalin und Schwefelsäure und von Hellström 1889 (Öfvers. af K. Svenska Vet. Akad. Förhandl. 1889, No. 2, S. 113) aus 1:2:5-Chlordiazonaphtalinsulfonsäure erhalten.

1:6 - Säure, von mir 1886 (diese Berichte XX, 74) aus 1:6 - Amidosäure erhalten.

1:8 - Säure wurde von mir 1889 (diese Berichte XXIII, 962) durch Behandlung des Kaliumsalzes der 1:8 - Nitrosulfonsäure mit Phosphorpentachlorid erhalten.