

320. J. Troeger und W. Meine: Ueber die Einwirkung von Arylaminen auf *m*-Benzoldisulfonchlorid und 1.2.4-Toluoldisulfonchlorid.

[Mittheilung aus dem pharmac.-chemischen Laboratorium der Technischen Hochschule zu Braunschweig.]

(Eingegangen am 17. Mai 1902.)

Die Schwierigkeit, mit der reines 1.2.4-Toluoldisulfonchlorid zu erhalten ist, wenigstens ein solches, das vollständig frei von Toluolmonosulfonchlorid ist, veranlasste uns, die Reinheit dieses erstgenannten Chlorides nicht nur durch eine Chlorbestimmung zu ermitteln, sondern auch durch Einwirkung von Aminbasen die Reinheit zu kontrolliren, da anzunehmen war, dass die entsprechenden Anilide bezw. Toluidide der Toluolmonosulfonsäuren bezw. der 1.2.4-Toluoldisulfonsäure wesentliche Unterscheidungsmerkmale in ihren physikalischen Eigenschaften ergeben würden. Wir fanden nämlich bei der Darstellung des 1.2.4-Toluoldisulfonchlorids, dass immer ein Theil der Toluolmonosulfonsäure bei der weiteren Sulfurirung sich derselben entzieht, und dass man nur dann zu einer reinen Disulfonsäure gelangen kann, wenn man, wie gleichfalls auch schon in der Literatur bemerkt ist, nach der zweiten Sulfurirung die Monosulfonsäure von der Disulfonsäure trennt.

Die Einwirkung von Arylaminen auf die obengenannten Sulfonchloride sollte aber gleichzeitig die Frage entscheiden, ob es möglich wäre, die beiden Chloratome dieser Chloride durch einen Aminrest zu ersetzen und so einen Ringschluss zu erzielen. Wir kamen zu einem negativen Resultat, zu demselben, wie W. Autenrieth und R. Hennings¹⁾, welche die Einwirkung von Anilin auf *m*-Benzoldisulfonchlorid in dieser Hinsicht prüften.

Im Nachstehenden mögen daher kurz unsere diesbezüglichen Versuche aufgeführt sein.

m-Benzoldisulfonanilid, $C_6H_4(SO_2.NH.C_6H_5)_2$. Diese Verbindung ist identisch mit der von W. Autenrieth und R. Hennings dargestellten. Wir haben zwar nicht in Benzollösung das Chlorid auf das Amin reagiren lassen, sondern einfach das Chlorid bei Wasserbadwärme in Anilin gelöst und in bekannter Weise dann das überschüssige Anilin entfernt. Den Schmelzpunkt dieser krystallinischen Verbindung fanden wir bei 146—147°, während obengenannte Autoren Schmp. 143° angeben.

$C_{18}H_{16}N_2S_2O_4$. Ber. C 55.67, H 4.12, S 16.49, N 7.22.
Gef. » 55.65, » 4.10, » 16.20, » 7.27.

¹⁾ Diese Berichte 35, 1388 [1902].

1.2.4-Toluoldisulfonanilid, $C_6H_3(CH_3)(SO_2.NH.C_6H_5)_2$. Das Toluoldisulfonchlorid-(1.2.4) wurde mit Anilin längere Zeit auf dem Wasserbade erwärmt und nach Beseitigung des Anilinüberschusses das feste Reactionsproduct aus wässrigem Alkohol fractionirt krystallisirt. Das so gebildete Toluoldisulfonanilid stellt weisse Krystalle dar vom Schmp. 189°.

$C_{19}H_{18}N_2S_2O_4$. Ber. C 56.72, H 4.48, S 15.92, N 6.96.
Gef. » 57.12, » 4.30, » 15.84, » 7.04.

War das bei obiger Umsetzung verwendete Chlorid nicht ganz frei von Monochlorid, so konnte in der Mutterlauge von obigem Dianilid noch ein Körper vom Schmp. 96—112° nachgewiesen werden, der das Anilidgemisch der Toluolmonosulfonsäuren bildet.

1.2.4-Toluoldisulfon-*o*-toluidid, $C_6H_3(CH_3)(SO_2.NH.C_6H_4.CH_3)_2$. In analoger Weise dargestellt aus Toluoldisulfonchlorid und *o*-Toluidin. Das resultirende Ditoluidid bildet schwach violett gefärbte Krystalle vom Schmp. 170—171°.

$C_{21}H_{22}N_2S_2O_4$. Ber. C 58.60, H 5.12, S 14.88, N 6.51.
Gef. » 58.89, » 5.07, » 15.00, » 6.70.

Enthielt das Disulfonchlorid noch Monosulfonchlorid, so zeigte das in der Mutterlauge befindliche Toluidid den Schmp. 103—104°.

1.2.4-Toluoldisulfon-*m*-toluidid, $C_{21}H_{22}N_2S_2O_4$. Analog der Orthoverbindung dargestellt, bildet das Toluidid Krystalle vom Schmp. 138°.

$C_{21}H_{22}N_2S_2O_4$. Ber. N 6.51. Gef. N 6.87.

Analoge Körper haben wir auch mit Nitranilinen dargestellt, indem wir die Chloride mit den Aminen zusammenschmolzen, jedoch scheinen hier die Umsetzungen nicht ganz so glatt zu verlaufen. Da wir unsere Annahme bestätigt fanden, dass sich durch diese Anilide bzw. Toluidide die Reinheit des angewandten 1.2.4-Toluoldisulfonchlorids leicht controlliren lässt, der andere Zweck unserer Versuche aber, durch ein eventuelles höheres Erhitzen der so gebildeten Körper einen Ringschluss zu erreichen, sich nicht erfüllte, so haben wir die Versuche in dieser Richtung nicht fortgeführt.