

498. F. Wölbling: Ueber einige Chryszazinderivate¹⁾.

(Eingegangen am 7. August 1903.)

Chryszazin bildet ein charakteristisches Monokaliumsalz, $C_{14}H_7O_4K$, wenn es mit wenig verdünnter Kalilauge heiss gelöst, filtrirt und die Lösung zum Krystallisiren gestellt wird. Schöne orangerothe Nadeln, die bei 100° durch Wasserverlust violett-kupferglänzend werden.

0.1881 g Sbst. (bei 100° getr.): 0.0589 g K_2SO_4 . $C_{14}H_7O_4K$. Ber. K 14.03. Gef. K 14.04.

Chryszazin-disulfosäure bildet ein schönes Kaliumsalz, durch welches sie leicht gereinigt werden kann, wenn man das rohe Sulfurirungsgemisch aus 1 Th. Chryszazin und 6 Th. 20-procentiger anhydridhaltiger Schwefelsäure (b. $110-120^\circ$) in 100 Th. Wasser giesst, zum Sieden erhitzt und 50 Th. heissgesättigter Chlorkaliumlösung zuffügt. In Wasser leicht löslich, durch Alkohol krystallinisch fällbar.

0.2500 g Sbst.: 0.0900 g K_2SO_4 . — 0.2375 g Sbst.: 0.2233 g $BaSO_4$. $C_{14}H_4O_2(OH)_2(SO_3K)_2$. Ber. K 16.39, S 13.45.

Gef. » 16.14, » 12.94.

Das in kaltem Wasser sehr schwer lösliche Baryumsalz $C_{14}H_4O_2(OH)_2(SO_3)_2Ba$ ergab.

Ber. Ba 25.61. Gef. Ba 26.15.

Die gewöhnlichen Beizen färbt das chryszazindisulfosaure Kalium sehr wenig, von den Scheurer'schen Beizen einige etwas kräftiger.

Das aus obiger Sulfosäure durch Kali verschmolzene Dioxychryszazin, $C_{14}H_4O_2(OH)_2$, wurde durch Vacuumsublimation gereinigt, wonach es sich leicht durch Extraction mit Toluol von gleichzeitig gebildetem Trioxychryszazin trennen liess, welches Letztere in Toluol viel leichter löslich ist. Das Dioxychryszazin wird aus Eisessig umkrystallisirt. In Alkali ist es mit blauer Farbe löslich. Es schmilzt bei 292° und färbt die gewöhnlichen Beizen kräftig an.

0.1402 g Sbst.: 0.3157 g CO_2 , 0.0442 g H_2O . $C_{14}H_8O_6$. Ber. C 61.76, H 2.94.

Gef. » 61.41, » 3.50.

Sein Acetylproduct, $C_{14}H_4O_2(O.C_2H_3O)_2$, bildet gelbe Nadelchen vom Schmp. $238-240^\circ$.

 $C_{22}H_{16}O_{10}$. Ber. C 60.00, H 3.63.

Gef. » 60.10, » 4.04.

¹⁾ Nach des Verfassers frühzeitigem Tode aus dessen Aufzeichnungen mitgetheilt von C. Liebermann.

Hiernach ist dieses Dioxychryszin mit dem in der voranstehenden Abhandlung durch Verschmelzen von Dibromchryszin erhaltenen nicht identisch, sondern isomer.

Bei der Behandlung des chryszindisulfosauren Kaliums mit Brom, gemäss dem Verfahren des D. R.-P. No. 101806 der Elberfelder Farbenfabriken für Anthrarufinsulfosäure, wurde Tetrabromchryszin $C_{14}H_{10}Br_4O_4$ erhalten. In Alkali unlöslich, schwer löslich in Benzol, Chloroform und Eisessig, krystallisirt es aus Letzterem in schönen orangefarbenen Nadeln.

0.2874 g Sbst.: 0.3224 g CO_2 , 0.0273 g H_2O . — 0.1571 g Sbst.: 0.2120 g AgBr.

$C_{14}H_4Br_4O_4$. Ber. C 30.32, H 0.72, Br 57.55.

Gef. » 30.59, » 1.06, » 57.42.

Mit dem in der voranstehenden Abhandlung beschriebenen Tetrabromchryszin ist es identisch.

Organ. Laborat. der Techn. Hochschule zu Berlin.

499. H. Wichelhaus: Einwirkung des Phosphors auf organische Verbindungen.

[Erste Mittheilung.]

(Eingegangen am 13. August 1903.)

Während Schwefel auf organische Verbindungen so einwirkt, dass Wasserstoffatome verdrängt und die verbleibenden Reste durch Schwefel verbunden werden, also z. B. aus Toluidin ein Thiazol gebildet wird, war von dem Phosphor zunächst nur zu erwarten, dass er Sauerstoff entziehen würde.

Dies findet allerdings statt; die Einwirkung des Phosphors beschränkt sich aber nicht darauf. Sie ist von Nebenvorgängen begleitet und je nach den Umständen verschieden.

Erhitzt man z. B. β -Naphthol unter gewöhnlichem Druck, also im offenen Gefäss, aus welchem man die Luft durch Kohlensäure verdrängt, mit rothem Phosphor auf etwas über 200° , so ist das Hauptproduct:

Dinaphtyloxyd, $C_{10}H_7.O.C_{10}H_7$.

Dabei bemerkt man sofort die Bildung von Phosphorwasserstoff, und findet sich nachher phosphorige Säure. Der Erstere wurde durch sein Verhalten gegen Kupfervitriol- und Silbernitrat-Lösung als die einfache Verbindung PH_3 gekennzeichnet; die Säure liess sich durch Quecksilberchlorid als solche bestimmen.