

schwer, in Aceton sehr leicht löslich sind. Alkohol löst mässig leicht, Benzol, Chloroform und Ligroin lösen schwierig; die Verbindung schmilzt nach vorheriger Bräunung bei 214° unter Zersetzung.

0.2305 g Sbst.: 0.4626 g CO₂, 0.0911 g H₂O. — 0.2318 g Sbst.: 18.4 ccm N 20°, (761 mm).

C₁₄H₁₄O₆N₂. Ber. C 54.90, H 4.58, N 9.15.
Gef. » 54.74, » 4.39, » 9.26.

1.3-Diphenyl-acetonyl-Dialursäure,

$$\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5)\cdot\text{C}(\text{OH})\left\langle\begin{array}{l} \text{CO}\cdot\text{NH} \\ \text{CO}\cdot\text{NH} \end{array}\right\rangle\text{CO}.$$

Entsteht beim Sättigen der wässrig-alkoholischen Lösung äquimolekularer Mengen von Alloxan und Dibenzylketon mit Chlorwasserstoffgas. Die in Krystallen abgeschiedene Verbindung wird wiederholt aus siedendem Alkohol umkrystallisiert. Sie bildet weisse Aggregate undeutlicher Krystalle, welche bei 233° unter Gasentwicklung schmelzen. Die Säure ist sehr schwer löslich in Wasser und Aceton, leichter in heissem Alkohol.

0.2009 g Sbst.: 0.4726 g CO₂, 0.0776 g H₂O. -- 0.2056 g Sbst.: 14.4 ccm N (25°, 764.5 mm).

C₁₉H₁₆O₅N₂. Ber. C 64.59, H 4.80, N 7.95.
Gef. » 64.16, » 4.29, » 8.08.

Technologisches Institut der Universität Berlin.

528. O. Kühling: Notiz über die Einwirkung von verdünnter Salpetersäure auf Guajacol-sulfosäure.

(Eingegangen am 12. August 1905.)

Bei der Behandlung von Phenolsulfosäuren mit Salpetersäure wird häufig die Sulfogruppe durch den Rest der Salpetersäure ersetzt. In den meisten Fällen vollzieht sich diese Umsetzung, wenn die Sulfosäuren mit concentrirter Salpetersäure oder mit Salpeter Schwefelsäure behandelt werden; seltener hat man die Reaction durch verdünnte heisse Salpetersäure herbeigeführt, und, so viel mir bekannt, ist es bisher nur in einem Fall¹⁾ gelungen, mit verdünnter Salpetersäure bei gewöhnlicher Temperatur die Verdrängung der Sulfogruppe durchzuführen. Ich habe nun vor einiger Zeit beobachtet, dass auch die Guajacolsulfosäure mit verdünnter Salpetersäure bei niederen Temperaturen unter Ersatz der Sulfogruppe und eines Kernwasserstoffatoms

¹⁾ Armstrong, Journ. of the chem. Soc. [2] 9, 112.

durch Nitrogruppen reagirt. Die Reaction vollzieht sich schon bei Anwendung mässiger Ueberschüsse von Salpetersäure, doch sind die Ausbeuten dann sehr gering, und es empfiehlt sich deshalb, reichliche Salpetersäuremengen zu verwenden.

Beispielsweise wurden 5 g guajacolsulfosaures Kalium in 200 ccm Wasser mit 50 ccm Salpetersäure von 1.2 spec. Gewicht versetzt, welche mit dem gleichen Volumen Wasser verdünnt waren. Bleibt die Mischung bei niederen Temperaturen stehen, so scheiden sich zunächst sehr kleine, weisslich-gelbe, dann grössere, rein-gelbe Krystalle ab. Beim Behandeln mit viel siedendem Wasser gehen nur die Letzteren in Lösung. Beim Erkalten scheidet diese gelbe Nadelchen ab, welche nach erneutem Umkrystallisiren den Schmp. 123—124° zeigen, also mit dem von Herzig¹⁾ dargestellten Dinitro-guajacol identisch sind.

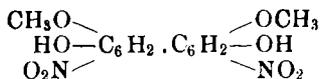
Der in Wasser unlösliche Antheil wird zur Reinigung in siedendem Alkohol gelöst und die Lösung mit etwas heissem Wasser versetzt. Man erhält ein hellgelbes Krystallpulver, welches bei 283° unter Zersetzung schmilzt. Die Verbindung ist in Alkalien mit rother Farbe löslich.

0.1977 g Sbst.: 0.3611 g CO₂, 0.0611 g H₂O. — 0.1177 g Sbst.: 8.5 ccm N (21°, 768 mm).

C₁₄H₁₂N₂O₆. Ber. C 50.00, H 3.57, N 8.33.

Gef. » 49.86, » 3.46, » 8.47.

Das Product ist demnach in der Weise entstanden, dass 2 Molekeln Guajacolsulfosäure unter Elimination der Sulfogruppen und gleichzeitiger Nitrirung zu einem Diphenylderivat der Formel



zusammengetreten sind. Die Verbindung wurde bisher in so geringer Menge erhalten, dass eine eingehendere Untersuchung nicht möglich war.

Ich beabsichtige festzustellen, ob verdünnte Salpetersäure auch auf die Sulfosäuren anderer mehrwerthiger Phenole in ähnlicher Weise einwirkt.

Technologisches Institut der Universität Berlin.

¹⁾ Monatsh. für Chem. 3, 825.