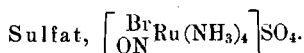


leichter löslich ist als das Bromid. In der Kälte scheidet Silbernitrat kein Bromsilber ab.

0.1074 g Sbst.: 0.0273 g Ru. — 0.1156 g Sbst.: 26.2 ccm N (21°, 728 mm).

$\text{RuN}_7\text{H}_{12}\text{BrO}_7$ . Ber. Ru 25.25, N 24.40.

Gef. » 25.41, » 24.64.



Da dieses Sulfat in Wasser ziemlich leicht löslich ist, so kann es nicht durch Fällung der Lösung des Bromids mit Schwefelsäure erhalten werden. Es läßt sich aber leicht durch Umsatz des Bromids mit der berechneten Menge Silbersulfat darstellen. Eine kalte, gesättigte Lösung von Bromid wird mit einer gesättigten Lösung von 1 Mol. Silbersulfat vermischt und die von Bromsilber abfiltrierte Lösung auf dem Wasserbade konzentriert, bis sich das Sulfat auszuscheiden beginnt. Man erhält es beim Erkalten der Lösung als bräunlichgelbes Krystallpulver. In Wasser ist es löslicher als das Bromid. Mit Silbernitrat wird in der Kälte kein Bromsilber abgeschieden.

0.1281 g Sbst.: 21.4 ccm N (15°, 718 mm). — 0.1301 g Sbst.: 0.0799 g  $\text{BaSO}_4$ .

$\text{RuN}_5\text{H}_{12}\text{BrSO}_5$ . Ber. N 18.17,  $\text{SO}_4$  25.57.

Gef. » 18.45, » 25.30.

Meinem Assistenten, Hrn. A. Schaarschmidt, spreche ich für seine eifrige Unterstützung bei vorliegender Untersuchung meinen besten Dank aus.

Zürich. Universitätslaboratorium, Mai 1907.

### 356. G. Schroeter: Über dimolekulare Anhydride der Anthranilsäure (Nachtrag).

(Eingegangen am 22. Mai 1907).

I. Aus dem kürzlich<sup>1)</sup> von mir beschriebenen gelben Anhydrid der Anthranoylanthranilsäure durch Erwärmen mit Benzolsulfochlorid, sowie aus Benzolsulfoanthranoylanthranilsäure mit Thionylchlorid hatte ich in Gemeinschaft mit Hrn. O. Eisleb einen Benzolsulfon-anthranoyl-anthranilsäure-anhydrid benannten Körper vom Schmp. 214—215° erhalten, der durch Erwärmen mit Alkali wieder Benzolsulfonanthranoylanthranilsäure, Schmp. 222°, lieferte.

Hr. Privatdozent Dr. Heller machte mich nun freundlichst darauf aufmerksam, daß das von ihm aus Anthranil durch Erhitzen mit Ben-

<sup>1)</sup> Heft 7, 1619.

zolsulfochlorid erhaltene sogen. »Benzolsulfondianthranil«, Schmp. 211—212°, und die aus letzterem durch Erwärmen mit Alkali erhaltene Säure<sup>1)</sup> vom Schmp. 223° vielleicht mit den von uns auf dem oben angegebenen Wege dargestellten Benzolsulfonderivaten identisch sein könnte. Diese Vermutung des Hrn. Heller hat sich als vollkommen richtig herausgestellt.

Nach den Angaben Hellers hat Hr. O. Eisleb das »Benzolsulfondianthranil« dargestellt; aus 4 g Anthranil wurden 3.5 g Benzolsulfondianthranil gewonnen, welches nach dem Umkrystallisieren aus Benzol bei 215.5° schmolz; denselben Schmelzpunkt zeigte eine nochmals umkrystallisierte Probe des aus dem gelben Anthranoylanthranilsäureanhydrid gewonnenen Benzolsulfonderivats, und denselben Schmelzpunkt zeigte auch ein Gemisch beider Substanzen, welche also identisch sind. Dies wurde auch durch den Identitätsnachweis der aus beiden Substanzen gewonnenen Säuren erhärtet. Beim Kochen mit wäßrig-alkoholischer Natronlauge entsteht aus beiden Körpern Benzolsulfon-anthranoyl-anthranilsäure, deren Schmelzpunkt nach dem Umkrystallisieren aus verdünntem Alkohol, von den Substanzproben einzeln und gemischt bestimmt, bei 222.5° lag.

Da Heller seine Säure nicht analysiert hat, und auch wir von unserer Säure l. c. keine speziellen Analysenangaben mitgeteilt hatten, hat Hr. Eisleb von jeder der Säuren eine Schwefelbestimmung ausgeführt; I bezieht sich auf die Hellersche, II auf unsere Säure:

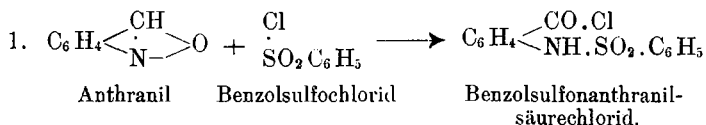
I. 0.3900 g Sbst.: 0.2272 g SO<sub>4</sub>Ba.

II. 0.2418 » » 0.1434 » »

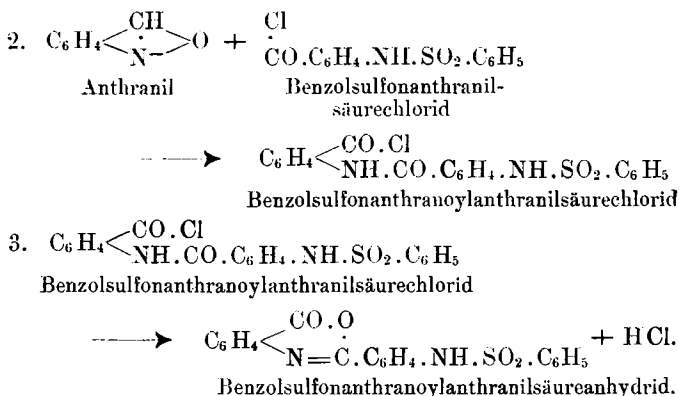
C<sub>20</sub>H<sub>16</sub>O<sub>5</sub>N<sub>2</sub>S. Ber. S 8.09. Gef. S I. 8.00, II. 8.14.

Auch die Titration beider Säuren mit Phenolphthalein und Alkali verläuft analog: Die Hellersche Säure verbraucht bis zur deutlichen, bleibenden Rotfärbung beinahe 2 Mol. Alkali, wie ich für die Benzolsulfonanthranoylanthranilsäure l. c. bereits angab.

Das Hellersche Benzolsulfondianthranil ist demnach Benzolsulfonanthranoylanthranilsäureanhydrid; seine Bildung aus Anthranil und Benzolsulfochlorid durchläuft meiner Auffassung nach folgende 3 Phasen:



<sup>1)</sup> Diese Berichte **36**, 4184 [1903]; ich sprach l. c. die Vermutung aus, daß diese Säure Benzolsulfonanthranilsäure sei.



II. Hr. Prof. Br. Pawlewski hat mich darauf aufmerksam gemacht, daß er durch Erhitzen von Anthranilsäure mit Benzolsulfochlorid in Xylollösung (diese Berichte **38**, 1684 [1905]) eine *N*-Phenylsulfonanthranilsäure genannte Säure vom Schmp. 214—215° beschrieben hat, die jedenfalls identisch ist mit der von mir l. c. beschriebenen Benzolsulfonanthranilsäure, die aus Anthranilsäure in alkalischer Lösung mit Benzolsulfochlorid erhalten wurde. Eine Revision des Schmelzpunktes zeigte, daß unsere Angabe des Schmelzpunktes von 223° auf einem Irrtum infolge Verwechslung mit Benzolsulfonanthranoylanthranilsäure beruhte; in der Tat schmolz die Benzolsulfonanthranilsäure zufolge älterer Angaben meines Laboratoriumsjournals bei 214°, denselben Schmelzpunkt fand jetzt auch Hr. Eisleb bei mehrfach aus verdünntem Alkohol und Eisessig umkrystallisierten Proben der Säure, weniger reine Proben schmolzen schon bei 212°.

### 357. H. Biltz:

#### Über Diphenylimidazol und Diphenyl- $\mu$ -chlorimidazol.

(Nach Versuchen von H. Edlefsen.)

(Eingegangen am 25. Mai 1907.)

$\alpha$ ,  $\beta$ -Diphenylimidazol (III) wurde von Japp<sup>1)</sup> im Jahre 1887 bei der Einwirkung von Formaldehyd und Ammoniak auf Benzil in warmer alkoholischer Lösung aufgefunden. Die Umsetzung wurde von Pinner<sup>2)</sup> später näher untersucht, wobei es gelang, durch Abkühlen des Gemisches die an und für sich geringe Ausbeute wesentlich zu steigern.

1) F. R. Japp, Journ. Chem. Soc. **51**, 557—559 [1887].

2) A. Pinner, diese Berichte **35**, 4136 [1902]; **38**, 1536 [1905].