

13 ccm doppeltnormaler  $\text{NaNO}_2$ -Lösung diazotiert und die überschüssige Salzsäure mit 7.5 g Natriumacetat abgestumpft. Das Ganze wurde zu 4 g (ca. 1 Mol.) *p*-Benzolsulfonsäureazo- $\beta$ -naphthol zugegeben, mit Natronlauge bis zur alkalischen Reaktion versetzt, der entstandene Niederschlag abfiltriert, ausgewaschen und aus Eisessig umkrystallisiert. Der Körper war nach Schmelzpunkt 245—246°, Abwesenheit von Schwefel und seinen anderen Eigenschaften identisch mit Azophorrot.

2. *p*-Benzolsulfonsäure-azo- $\beta$ -naphthol und *o*-Chlor-*p*-nitro-diazobenzol.

5 g *o*-Chlor-*p*-nitranilin wurden in 50 g Eisessig gelöst, mit 2 g  $\text{NaNO}_2$  diazotiert und dazu 20-prozentige Salzsäure bis zur klaren Lösung zugesetzt. Das Ganze wurde mit 5 g *p*-Benzolsulfonsäureazo- $\beta$ -naphthol versetzt, mit Natronlauge alkalisch gemacht und das Gemisch auf dem Wasserbad 1—2 Stunden digeriert. Es entstand ein in Natronlauge unlöslicher Farbstoff, der abfiltriert und bis zum Verschwinden der alkalischen und der Chlorreaktion mit Wasser ausgewaschen wurde. Nach 2-maligem Umkrystallisieren aus Nitrobenzol wurde der Schmelzpunkt zu 279° gefunden. Schwefel war in dieser Substanz nicht vorhanden. Der Schmelzpunkt von  $\text{NO}_2 \begin{matrix} \text{Cl} \\ \diagup \\ \text{C}_6\text{H}_3 \cdot \text{N}_2 \end{matrix}$   $\text{C}_{10}\text{H}_6 \cdot \text{OH}$  ist 280°.

Die Analyse des Körpers ergab folgende Resultate:

$\text{C}_{16}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_3\text{Cl}$ . Ber. Cl 10.85, N 12.84.  
Gef. » 10.33, 10.74, » 13.18, 13.32.

Die Untersuchung, insbesondere über den Verbleib der verdrängten Gruppe der Azofarbstoffe, wird fortgesetzt.

Jena, März 1908.

**205. C. Willgerodt: Drei Vorlesungsversuche zur Darstellung von Jodidchloriden, Jodo- und Jodiniumverbindungen.**

(Eingegangen am 24. März 1908.)

1. Erzeugung von Phenyljodidchlorid aus Jodbenzol.

Die Innenwand eines mit Chlor gefüllten Zylinders begießt man ringsum mit einer Lösung von Jodbenzol in Chloroform, so daß die herabfließende Flüssigkeit den größten Teil der Innenfläche des Gefäßes benetzt. Augenblicklich addiert sich das Chlor zum Jodbenzol, und es gewährt das Überwachsen der Zylinderwand mit den Krystallen des Phenyljodidchlorids einen prächtigen Anblick. Ähnlich, aber noch

überraschender, gestaltet sich der Versuch, wenn man die Lösung mit einer Zerstäubungsspritze in senkrechter Richtung in den mit Chlor gefüllten Zylinder einspritzt.

## 2. Darstellung von Jodobenzol aus Phenyljodidchlorid.

Phenyljodidchlorid wird mit einer frisch bereiteten, filtrierten Chlorkalklösung verrieben und darauf in einem Reagensglas oder Kolben bis zum Kochen erwärmt. Schon nach kurzer Zeit verschwindet die gelbe Farbe des Ausgangsmaterials, und es erscheint das weiße Jodobenzol, das unter Chlorentwicklung quantitativ aus dem Jodidchlorid gebildet wird. Kühlt man nun das Kochgefäß rasch mit Eiswasser ab, so scheidet sich das gelöste Jodobenzol zum größten Teil ab und erfüllt die ganze Flüssigkeit mit weißen Kristallen.

## 3. Darstellung von Diphenyljodinium-chlorid und -jodid aus Phenyljodidchlorid.

In einem bis zur Hälfte mit Natronlauge beschickten Reagensglas verreibt man eine entsprechende Menge Phenyljodidchlorid mit einem Glasstabe und erhitzt hierauf das Reaktionsgemisch so lange, bis die feste Substanz vollständig verschwunden und — außer den anorganischen Substanzen — in Jodbenzol, Diphenyljodiniumhydroxyd und das salzsaure Salz desselben übergegangen ist. Wird der Versuch in einem Kolben ausgeführt, so hat man das Phenyljodidchlorid vorher in einem Mörser mit Lauge zu verreiben.

Da die entstehende Lösung durch fein verteilte Tröpfchen von Jodbenzol stark getrübt ist, so filtriert man dieselbe so lange durch ein und dasselbe Filter, bis sie klar durchläuft. Hierauf teilt man das Filtrat in 2 Teile. Versetzt man den einen Teil mit konzentrierter Salzsäure, so entsteht sofort ein starker Niederschlag von Kochsalz und Diphenyljodiniumchlorid. Durch Zusatz von Wasser löst sich das Kochsalz auf, und der weiße, flockige Niederschlag des Diphenyljodiniumchlorids bleibt zurück. Der zweite Teil der Lösung wird mit Jodkalium versetzt, wodurch das Diphenyljodiniumjodid sofort abgeschieden wird. Durch Schütteln des Gemisches verschwindet die anfangs auftretende gelbe Farbe, und es ballen sich die fast weißen krystallinischen Massen so zusammen, daß sie weithin sichtbar sind.

Alle drei Versuche lassen sich, ohne daß man viel Zeit verliert, in einer Vorlesung ausführen.

Freiburg i. B., den 23. März 1908.