

Der Äther bildet gelbe Nadeln, die in der Wärme gut von Alkohol, Benzol, Äther, Aceton, schwer von Ligroin und kaum von Wasser gelöst werden.

0.1286 g Sbst.: 0.2502 g CO₂, 0.0396 g H₂O.

C₁₁H₈O₅N₂. Ber. C 53.21, H 3.24.

Gef. » 53.06, » 3.44.

Auf die gleiche Weise wurde auch der 2.4-Dinitro- α -naphthol-äthyläther gewonnen. Er schmilzt bei 90° und besitzt die von C. A. Martius¹⁾, sowie von Heermann²⁾ angegebenen Eigenschaften.

0.1274 g Sbst.: 11.5 ccm N (18°, 754 mm).

C₁₂H₁₀N₂O₅. Ber. N 10.69. Gef. N 10.51.

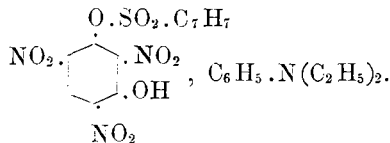
614. Fritz Ullmann und Walter Bruck: Studien über Styphninsäure.

(3. Mitteilung.)

[Mitteil. aus dem Techn.-chem. Institut der Kgl. Techn. Hochschule zu Berlin.]
(Eingegangen am 2. November 1908.)

Aus Pikrinsäure und Trinitrokresol bildet sich beim Behandeln mit Toluolsulfochlorid-Diäthylanilin ausschließlich das entsprechende Chlorderivat³⁾. Wir hofften aus der Styphninsäure, dem Trinitroresorcin, auf gleiche Weise das Dichlortrinitrobenzol zu erhalten. Die diesbezüglichen Versuche zeigten jedoch, daß bei der Wechselwirkung der drei Substanzen nur das Diäthylanilinsalz des Trinitroresorcin-toluolsulfesters entsteht. Es gelang uns nicht, die noch freie Hydroxylgruppe zu verestern. Auch das Diäthylanilin ist in der Verbindung sehr fest gebunden, die Substanz läßt sich z. B. aus Eisessig umkristallisieren. Durch Kochen mit verdünnter Salzsäure gelang es nicht, das Diäthylanilin zu entfernen, da hierbei Zersetzung unter Bildung von Toluolsulfochlorid und Styphninsäure eintrat.

Diäthylanilin-Salz⁴⁾ des Trinitroresorcin-toluolsulfesters,



Von den vielen Versuchen, die wir zur Herstellung dieser Verbindung ausführten, gab der folgende die besten Ausbeuten.

¹⁾ Ztschr. f. Chem. 1868, 87. ²⁾ Journ. f. prakt. Chem. [2] 44, 241 [1891].

³⁾ Diese Berichte 41, 1875 [1908].

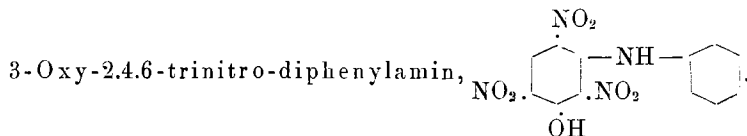
⁴⁾ Das Trinitro-resorcin verbindet sich mit nur 1 Mol. Diäthylanilin. Das in alkoholischer Lösung gewonnene Salz bildet gelbe Nadeln, die bei 159°

12 g Styphninsäure wurden mit 30 g Diäthylanilin und 19 g Toluolsulfoclorid während 4 Stunden auf 80° erwärmt. Zuerst tritt besonders beim Rühren völlige Lösung ein, und nach einiger Zeit erstarrte dann die Masse zu einem Krystallbrei. Die Masse wird mit 40 ccm Alkohol ausgekocht, nach dem Erkalten filtriert und mit wenig Alkohol gewaschen. Hierbei wurden 22.8 g (84% der Theorie) an Ester erhalten.

Das Rohprodukt ist so gut wie rein. Es schmilzt bei 164° unter Zersetzung und behält nach dem Umlösen aus Eisessig den Schmelzpunkt bei. Es bildet gelbe Krystallblättchen, die unlöslich in Ligroin, schwer in heißem Alkohol und Benzol, gut in Aceton und Essigsäure löslich sind. Durch Kochen mit Alkohol und Salzsäure entsteht Styphninsäure.

0.1303 g Sbst.: 0.2413 g CO₂, 0.0536 g H₂O. — 0.1517 g Sbst.: 0.0644 g BaSO₄.

C₂₃H₂₄O₁₀N₄S. Ber. C 50.34, H 4.41, S 5.84.
Gef. » 50.51, » 4.60, » 5.83.



Übergießt man obigen Ester (20 g) mit der gleichen Menge Anilin, so färbt sich die Masse rot, erwärmt sich stark und wird flüssig, um nach kurzer Zeit zu einem Krystallbrei zu erstarren. Beim Auskochen mit verdünnter Salzsäure hinterblieben 11.6 g (100%) Oxytrinitrophenylamin. Das Rohprodukt ist sehr rein; es schmilzt 158° und nach dem Umlösen aus verdünntem Eisessig bei 162° (korr.). Es bildet orange-gelbe Nadeln, die kaum in Äther und Ligroin, leicht in Benzol und Aceton und spielend in Eisessig mit gelber Farbe löslich sind. Gleich gefärbt ist die Lösung in konzentrierter Schwefelsäure, während Ätznatron mit roter Farbe löst. Kocht man die alkalische Flüssigkeit, so tritt der Geruch von Anilin auf.

0.1230 g Sbst.: 0.2021 g CO₂, 0.0310 g H₂O. — 0.1285 g Sbst.: 19 ccm N (16°, 753 mm).

C₁₂H₈O₇N₄. Ber. C 44.98, H 2.51, N 17.51.
Gef. » 44.81, » 2.81, » 17.31.

schmelzen. Sie sind unlöslich in Äther und Ligroin, werden in der Hitze gut von Alkohol und Benzol und sehr leicht von Aceton gelöst.

0.1299 g Sbst.: 0.2329 g CO₂, 0.0562 g H₂O. — 0.1365 g Sbst.: 16.6 ccm N (21°, 759 mm).

C₁₆H₁₈O₈N₄. Ber. C 48.71, H 4.60, N 14.22.
Gef. » 48.89, » 4.83, » 14.10.