

Kaliumgehalt bestimmt wurde. Diese Daten genügen neben der Gärprobe zum sicheren Nachweis des Traubenzuckers. Sie reichen allerdings nicht aus für den Beweis der Abwesenheit anderer Zucker. Aber für wahrscheinlich halte ich deren Bildung nicht.

Schließlich sage ich den HHrn. Dr. M. Bergmann und Dr. H. v. Neymann für die Hilfe, die sie bei obigen Versuchen leisteten, besten Dank.

**373. Richard Kempf und Hans Moehrke:
Chlorierungen mit Königswasser. Darstellung von Chloranil
und Bromanil aus Phenol.**

(Eingegangen am 15. August 1914.)

Die vor einiger Zeit erschienenen, uns erst jetzt bekannt gewordenen Veröffentlichungen von Rasik Lal Datta und Francis V. Fernandes über Chlorierungen mit Königswasser¹⁾ und über die Darstellung von Chloranil aus *p*-Phenylendiamin und Hydrochinon²⁾ veranlassen uns, hier über eingehende Versuche kurz zu berichten, die — einige Jahre zurückliegend und infolge äußerer Umstände bisher nur durch die Patentliteratur³⁾ und nur teilweise⁴⁾ veröffentlicht — ebenfalls die Chlorierung organischer Verbindungen mittels Königswassers zum Gegenstande hatten und die im besondern ein neues bequemes Verfahren für die Darstellung von Chloranil und Bromanil direkt aus Phenol ergaben.

Als Oxydationsmittel bei Halogenierungen mit Halogenwasserstoff oder mit freiem Halogen wurden bisher hauptsächlich nichtflüchtige Stoffe benutzt, z. B. chlor- und chromsaure Salze, Kaliumpermanganat, Braunstein, Jodsäure, Quecksilberoxyd, Schwefelsäure usw. Wir gingen nun von dem Gedanken aus, daß sich als Oxydationsmittel für den in Rede stehenden Zweck vielleicht besonders gut Salpetersäure eignen würde, weil deren Flüchtigkeit unter Umständen eine leichte Aufarbeitung des Reaktionsgemisches gestattet und weil sich ferner die Wirksamkeit dieses Oxydationsmittels in weiten Grenzen

¹⁾ Rasik Lal Datta und Francis V. Fernandes, Am. Soc. **36**, 1007 [1914]; C. 1914, II, 124.

²⁾ Rasik Lal Datta, Am. Soc. **36**, 1011 [1914]; C. 1914, II, 124.

³⁾ Rich. Kempf und H. Moehrke, Verfahren zur Darstellung von trichlorchinon-freiem Chloranil (Tetrachlor-*p*-benzochinon), D. R.-P. 256034 (vom 28. Juli 1911 ab); C. 1913, I, 758.

⁴⁾ W. Glund und R. Kempf, Soc. **103**, 1530 [1913]; C. 1913, II, 1569.

bequem abstufen läßt, je nachdem man verdünnte, konzentrierte oder rauchende Säure anwendet. Auf Grund dieser Überlegung untersuchten wir in erster Linie die Einwirkung von Königswasser auf organische Substanzen, ein Thema, über das bisher nur spärliche Literaturangaben vorlagen¹⁾. Vorauszusehen war die Möglichkeit, daß Königswasser außer chlorierend auch noch oxydierend und nitrierend auf organische Substanzen einwirken konnte.

Unsere Versuche, die sich auf eine große Reihe aliphatischer und aromatischer Verbindungen erstreckte, führte im wesentlichen zu folgenden Ergebnissen²⁾.

Benzol ging beim Behandeln mit überschüssigem Königswasser (am Schluß Kochen am Rückflußkühler) in ein öliges, beim Abkühlen in Eis krystallinisch erstarrendes Gemisch verschiedener Chlorbenzole über. Als ein Hauptprodukt der Reaktion wurde durch fraktionierte Sublimation unter vermindertem Druck³⁾ *p*-Dichlorbenzol (vom Schmp. 53—54°) isoliert. Nitrokörper oder Oxydationsprodukte wurden nicht beobachtet. Naphthalin ergab ebenfalls ein Gemisch verschiedener Chlorprodukte, das sich nur schwer durch fraktionierte Destillation entwirren ließ. Manche der untersuchten Substanzen, z. B. Brenzcatechin, 3-Nitro-brenzcatechin und Traubenzucker, wurden in erheblichem Maße bis zu Oxalsäure abgebaut. Dagegen wurden Chloranil, Anthrachinon, Dinitrochlorbenzol, Phthalsäure-anhydrid und Bernsteinsäure selbst

¹⁾ Eine Durchsichtung der einschlägigen Literatur ergab, daß die Mitteilungen über die Einwirkung von Königswasser auf organische Substanzen sich auf einige spezielle Fälle beschränken. Villiers ließ verdünntes Königswasser unter Zusatz von katalytisch wirkenden Mangansalzen mit organischen Stoffen reagieren und empfahl das Verfahren zur völligen Zerstörung organischer Substanz, z. B. bei toxikologischen Untersuchungen; vergl. C. r. 124, 1349 u. 1457 [1897]; C. 1897, II, 177 u. 397. — Nach einem Patent der Badischen Anilin- und Sodafabrik kann ein Gemisch von rauchender Salpetersäure und Salzsäure als gleichzeitig chlorierendes und oxydierendes Agens zur Darstellung von Chlor-anthrachinon-azin aus Indanthren dienen: D. R.-P. 155415; C. 1904, II, 1355. — Ferner beobachtete Zehenter, daß Königswasser zugleich nitrierend und oxydierend auf organische Verbindungen einzuwirken vermag; vergl. M. 6, 529 [1886].

²⁾ Über die Einwirkung von Königswasser auf Benzoesäure wurde bereits an anderer Stelle ausführlich berichtet; vergl. W. Gluud und R. Kempf, Eine neue Darstellungsmethode für *m*-Chlor-benzoesäure und die Untersuchung ihres Hydroxylaminsalzes, Soc. 103, 1530 [1913]; C. 1913, II, 1569. — D. R.-P. 266577; Ch. Z. 37, Rep. 641 [1913].

³⁾ Vergl. Rich. Kempf, Praktische Studien über Vakuum-Sublimation, J. pr. [2] 78, 201 [1908].

von konzentriertem Königswasser und bei längerem Kochen überhaupt nicht merklich angegriffen.

Eine große Reihe aromatischer Verbindungen gingen bei der Behandlung mit Königswasser mehr oder weniger glatt in Chloranil über, so namentlich Phenol und eine Anzahl seiner Derivate, z. B. *o*- und *p*-Nitro-phenol, Pikrinsäure, *o*- und *p*-Chlor-phenol, 2.4.6-Trichlor-phenol, ferner Hydrochinon, Salicylsäure, Aspirin, Sulfanilsäure usw. Es lag nahe, zu untersuchen, ob diese Reaktion, namentlich die zwischen Phenol und Königswasser, nicht einen neuen bequemen Zugang zu dem bisher nicht ganz leicht erhältlichen und im Handel ziemlich kostspieligen Chloranil erschlosse. Das ist in der Tat der Fall, wie gleich vorweg bemerkt sei.

Von den Bildungsweisen des Chloranils, dieses u. a. als Oxydationsmittel ¹⁾ und als Zwischenprodukt in der Farbstoffchemie ²⁾ verwertbaren Körpers, kamen bisher als Darstellungsmethoden hauptsächlich die folgenden in Betracht.

Nach A. W. Hofmann ³⁾ läßt sich Phenol mit Hilfe von Kaliumchlorat und Salzsäure in Chloranil überführen; hierbei entsteht aber als unerwünschtes Nebenprodukt das nur schwierig entfernbare Trichlor-chinon ⁴⁾ in größerer Menge (in der Regel ungefähr 50% des Ganzen), so daß die Reaktion als Darstellungsmethode für reines Chloranil wenig geeignet ist. Außerdem tritt bei dem Prozeß ein Körper von überaus unangenehmem und energisch anhaftendem Geruch auf. Aus diesem Grunde empfahl Graebe ⁵⁾, an Stelle von Phenol das im Handel erhältliche (aber recht kostspielige) salzsaure *p*-Phenylendiamin als Ausgangsmaterial zu benutzen; er erhielt — im übrigen wie A. W. Hofmann arbeitend — ein bei 220—240° schmelzendes Gemisch von etwa 3 Tlu. Tetrachlor- und 1 Tl. Trichlor-chinon. Witt und Toeche-

¹⁾ Vergl. z. B. Farbwerke vorm. Meister, Lucius & Brüning, Höchst a. M., Verfahren zur Oxydation von Leukobasen und deren Sulfosäuren mit Hilfe von gechlorten Chinonen, speziell mit Chloranil, D. R.-P. 11412; Friedländer, Fortschritte . . ., I, 64.

²⁾ Chemische Fabrik v. Heyden, Radebeul b. Dresden, Verfahren zur Darstellung von beizenfärbenden Chinonimidfarbstoffen, D. R.-P. 119863; C. 1901, I, 1028. — R. Lesser. Färben mit Hilfe von Farbstoffen, welche sich vom Benzo- oder α -Naphthochinon ableiten, Franz. Pat. 428787; Ch. Z. 35, Rep. 308 [1911] und D. R.-P. 236074; Ch. Z. 35, Rep. 368 [1911].

³⁾ A. W. Hofmann, A. 52, 57 [1844]. — Siehe auch Stenhouse, ebenda, Suppl.-Bd. 6, 209 [1868].

⁴⁾ Vergl. C. Graebe, A. 148, 9 [1868]. — Stenhouse, a. a. O. — Th. Zincke und Fuchs, A. 267, 15 (Fußnote) [1892].

⁵⁾ C. Graebe, Über. Chloranil, A. 263, 16 [1891]. — Vergl. auch A. Krause, B. 12, 52 [1879].

Mittler¹⁾ schlugen eine Modifikation des Verfahrens vor, wonach man von einem weniger kostspieligen Ausgangsmaterial zu einem reineren Endprodukt gelangt: sie führten das im Handel befindliche, wohlfeile *p*-Nitranilin mit Hilfe von Kaliumchlorat und Salzsäure zunächst in 2,6-Dichlor-4-nitranilin²⁾ über, reduzierten dieses in salzsaurer Lösung mit Zinn und verarbeiteten hierauf die Flüssigkeit direkt durch weiteren Zusatz von Kaliumchlorat auf Chloranil. Obwohl dieses Verfahren einen wesentlichen Fortschritt gegenüber der älteren Methode darstellt, kommt ihm doch der Nachteil zu, daß es erst auf einem beträchtlichen Umwege zum Ziele führt. Auch ist das so gewonnene Chloranil erst nach Umkrystallisieren wirklich rein, da das Rohprodukt bereits bei 268—270° schmilzt (gegen 285—286° der reinen Substanz) und nur 55.5% (statt 57.2%) Chlor enthält.

Im Gegensatz hierzu gewinnt man nach dem vorliegenden Verfahren aus Phenol und Königswasser, also aus überaus wohlfeilen und überall leicht zugänglichen Ausgangsstoffen, direkt ein chemisch reines, schön krystallisiertes Chloranil in einem einzigen Arbeitsgange. Die Ausbeute erreicht etwa 60%, bei Anwendung von Jod als Katalysator etwa 76% der angewandten Menge Phenol.

Die Ausführung des Verfahrens gestaltet sich sehr einfach. Man übergießt Phenol in einem Rundkolben mit konzentriertem Königswasser, wobei man die zuerst einsetzende heftige Reaktion durch Wasserkühlung mildert, und erhitzt dann längere Zeit auf dem Wasserbade, bis sich das Chloranil in orangegelben, schweren Krystallblättern aus der Flüssigkeit abgeschieden und klar zu Boden gesetzt hat. Das Produkt kann dann ohne weiteres abfiltriert werden. Es erweist sich nach dem Auswaschen mit Wasser und Alkohol als analysenreines, in Sonderheit trichlorchinon-freies Tetrachlor-*p*-benzochinon.

Diese hinsichtlich der Reinheit des erhaltenen Produktes so günstige Wirkung des Königswassers ist leicht erklärlich.

Aus den Versuchen von Levy und Schulz³⁾ folgt, daß sowohl Trichlor- wie Tetrachlor-chinon beim längeren Kochen mit konzentrierter Salzsäure Tetrachlor-hydrochinon liefert; ferner stellte Graebe⁴⁾ fest, daß Trichlor-chinon von Salzsäure viel leichter als Chloranil angegriffen wird, und daß rohes, d. h. trichlorchinon-haltiges, Chloranil bedeutend an Reinheit gewinnt, wenn man es zuerst mit Salzsäure und dann mit einem Oxydationsmittel (KClO₃ oder besser K₂Cr₂O₇) behandelt. Man kann daher annehmen, daß im vorliegenden Falle durch das Königswasser etwa gebildetes Trichlorchinon über Tetrachlor-hydrochinon gleich weiter in Chloranil umgewandelt wird. Übrigens wird nach Graebe rohes, unreines Chloranil auch durch

¹⁾ O. N. Witt und S. Toeche-Mittler, Über ein verbessertes Verfahren zur Darstellung von Chloranil, B. 36, 4390 [1904].

²⁾ Vergl. O. N. Witt, B. 8, 143 [1875].

³⁾ Levy und Schulz, A. 210, 154 [1881].

⁴⁾ C. Gräbe, A. 263, 16—31 [1891].

Erwärmen mit starker Salpetersäure allein bereits in ein wesentlich reineres Produkt übergeführt¹⁾.

Anstatt festes Phenol direkt mit fertig gemischtem Königswasser zu behandeln, kann man zur Milderung der Reaktion das Phenol zunächst in Salzsäure lösen und die Salpetersäure hinzutropfen lassen. Auch können natürlich an Stelle der freien Salpetersäure deren Salze angewandt werden.

Unter den Nebenprodukten der Reaktion ließ sich Oxalsäure feststellen. Ein ständiger Begleitkörper des Chloranils ist ferner ein zu Tränen reizendes, überaus stechend riechendes, rotbraunes Öl, das von uns nicht näher untersucht worden ist. Es löst sich spielend leicht in Alkohol. Das abfiltrierte Chloranil wird daher ohne Schwierigkeit durch Waschen mit Alkohol völlig von ihm befreit. Intermediär treten bei der Reaktion Nitro- und Nitro-chlor-phenole auf — z. B. gelang es, 2,4-Dinitro-6-chlor-phenol zu isolieren —, jedoch werden die Nitrogruppen in solchen Substanzen bei Gegenwart genügender Mengen Königswasser durch Halogen alsbald wieder verdrängt, so daß die Endprodukte der Reaktion frei von Nitrokörpern sind.

Bemerkenswert ist die große Beständigkeit des Chloranils gegen Königswasser. Selbst bei stundenlangem Kochen mit einem Gemisch von rauchender Salzsäure und konzentrierter Salpetersäure erleidet das Produkt keinerlei merkliche Veränderung.

Eine größere Anzahl anorganischer Oxyde und Salze wurde auf ihre etwaige katalysatorische Wirksamkeit bei der Chloranil-Bildung geprüft. Von allen untersuchten Stoffen erhöhte nur ein Zusatz von Jod die Ausbeute ein wenig, ferner scheint sich der Prozeß im Sonnenlicht etwas glatter abzuspielen, als im Dunkeln. Von wesentlichem Belang für die praktische Darstellung von Chloranil im Laboratorium ist aber bei der Billigkeit der Ausgangsstoffe weder die eine noch die andere Feststellung.

Wie erwähnt, werden auch Chlor- und Nitro-phenole durch Königswasser in Chloranil übergeführt. Es lag daher nahe zu versuchen, ob es nicht vorzuziehen sei, Phenol zunächst zu chlorieren oder zu nitrieren und erst dann mit Königswasser zu behandeln. Dahin gerichtete Versuche ergaben in der Tat eine bessere Ausbeute an Chloranil, nämlich bis zu etwa 90% der angewandten Menge Phenol, wenn man folgendermaßen arbeitet:

Man löst Phenol in konzentrierter Salzsäure, leitet Chlor bis zur Sättigung ein, versetzt das Reaktionsgemisch mit überschüssigem Königswasser und erwärmt, bis sich das Chloranil in orangegelben Krystallen ausgeschieden

¹⁾ Vergl. auch Th. Zincke und Fuchs, A. 267, 15 [1892].

hat. Für die Darstellung von Chloranil im Laboratorium dürfte aber wohl das zuerst beschriebene Verfahren: Behandlung des Phenols direkt mit Königswasser, wegen seiner größeren Einfachheit vorzuziehen sein.

In ähnlicher Weise wie Chloranil kann man aus Phenol auch Bromanil darstellen. Man übergießt Phenol mit starker Bromwasserstoffsäure, fügt konzentrierte Salpetersäure hinzu und wartet unter Kühlen die zunächst einsetzende heftige Reaktion ab. Dann erhitzt man im offenen Kolben auf dem Wasserbade, bis sich das — noch etwas mit öligen Beimengungen verunreinigte — Bromanil zu Boden gesetzt hat. Nach dem Abfiltrieren und Auswaschen mit Wasser und Alkohol erhält man ein Produkt, das nach dem Umkristallisieren aus Toluol völlig rein ist. Bisher stellte man Bromanil wohl meist nach Graebe und Weltner¹⁾ aus *p*-Phenylendiamin durch Bromieren und nachfolgendes Oxydieren des Bromproduktes mit Salpetersäure dar.

Versuche, in analoger Weise wie Chloranil und Bromanil aus Phenol mit Hilfe von Jod und Salpetersäure das entsprechende, bisher noch unbekannte Tetrajod-chinon darzustellen, schlugen fehl. Es konnte dagegen 2,4-Dinitro-6-jod-phenol aus dem Reaktionsgemisch isoliert werden. Diese Substanz wurde bisher aus 2,4-Dinitro-phenol mittels Jods und Jodsäure²⁾ oder Quecksilberoxyds³⁾ gewonnen oder aber auf dem Umwege über 2,4-Dinitro-6-amino-phenol⁴⁾ durch Austausch der Amino-Gruppe gegen Jod.

Experimentelles.

A. Darstellung von Chloranil.

Versuch 1. Man übergießt unter Kühlen 10 g Phenol mit einem Gemisch von 100 ccm konzentrierter Salpetersäure (65 % HNO_3) und 300 ccm rauchender Salzsäure (37.2 % HCl) und erhitzt das Ganze nach dem Aufhören der freiwillig einsetzenden heftigen Reaktion im offenen Rundkolben möglichst im direkten Sonnenlicht auf dem Wasserbade. Das zunächst sich abscheidende dunkle Öl und Harz verschwindet allmählich, und nach mehrstündigem Erhitzen beginnt die Ausscheidung des Chloranils. Nach etwa 24-stündigem Erhitzen hat sich das zuerst noch harzige und rotgefärbte Chloranil in hell orangefarbenen, schweren Krystallblättern am Boden des Gefäßes abgesetzt. Nach Erkalten der Flüssigkeit filtriert man es ab, wäscht es mit Wasser und dann mit Alkohol solange aus, als dieser noch rot gefärbt abläuft, und trocknet im Dampfschrank. Ausbeute 6.6 g rein goldgelbes Produkt vom Schmp. 285—286° (unkorr.)⁴⁾. Das so dargestellte Rohprodukt

¹⁾ C. Graebe und L. Weltner, Über Bromanil, A. 263, 31—38 [1891].

²⁾ Körner, Z. 1868, 325. ³⁾ Armstrong, B. 6, 651 [1873].

⁴⁾ Über den Schmelzpunkt von Chloranil als Kriterium für dessen Reinheit vergl. C. Graebe, A. 263, 19 [1891].

liefert bei der Sublimation unter vermindertem Druck¹⁾ 98—99 % chemisch reines Tetrachlor-*p*-benzochinon. Analysenergebnisse:

$C_6O_2Cl_4$. Ber. C 29.29, H —, Cl 57.7.
Gef. » 29.19, » 0.26, » 57.6.

Versuch 2. Man löst in einem Rundkolben 10 g Phenol in 400 ccm warmer, rauchender Salzsäure und läßt unter schwachem Erwärmen auf dem Wasserbade ganz allmählich 100 ccm konzentrierte Salpetersäure hinzutropfen. Aufarbeitung des Gemisches wie vorher. Ausbeute 5.7 g. Schmp. 282—284°.

Versuch 3. Man versetzt eine Lösung von 10 g Phenol in 400 ccm rauchender Salzsäure mit 8 g Jod und läßt, wie in dem vorigen Versuch, 100 ccm konzentrierte Salpetersäure hinzutropfen. Am Schluß wurde das Reaktionsgemisch über freier Flamme gekocht. Ausbeute 7.6 g. Schmp. gegen 280°.

Versuch 4. Man löst in einem mit Rückflußkühler versehenen Rundkolben 10 g Phenol in 225 ccm rauchender Salzsäure und leitet in die Flüssigkeit aus der Bombe entnommenes Chlor bis zur Sättigung ein, zunächst unter Wasserkühlung, später unter Erwärmen auf dem Wasserbade. Hierauf fügt man 75 ccm konzentrierte Salpetersäure hinzu und erhitzt etwa 20 Stdn. auf dem Wasserbade. Aufarbeitung des Gemisches wie oben beschrieben. Ausbeute: 8.9 g. Schmp. 285—286°.

B. Gewinnung von Nebenprodukten bei der Chloranil-Darstellung.

Versuch 1. 60 g Phenol wurden längere Zeit mit viel überschüssigem Königswasser behandelt. Die Mutterlauge des abfiltrierten Chloranils (26 g) ergab beim Eindampfen etwa 13 g Oxalsäure. Diese wurde identifiziert durch Schmelzpunkt (wasserhaltig bei 101°, wasserfrei bei 190°), Reaktion mit Calciumchlorid in essigsaurer Lösung und Krystallwasserbestimmung:

I. 2.6233 g Sbst. nahmen um 0.7570 g ab.
II. 1.9023 » » » » 0.5518 » »

$C_2H_2O_4 + 2H_2O$. Ber. H_2O 28.58. Gef. H_2O 28.85, 29.01.

Versuch 2. 20 g Phenol wurden mit 500 ccm konzentriertem Königswasser behandelt. Das Filtrat vom Chloranil schied beim Abkühlen in Eis einen feinkrystallinischen, gelben Körper ab, der aus Wasser umkrystallisiert und bei vermindertem Druck sublimiert wurde. Er erwies sich nach Schmelzpunkt (110—111° unkor.), Chlorgehalt usw. als 2.4-Dinitro-6-chlorphenol²⁾.

0.1783 g Sbst.: 0.1181 g AgCl.

$C_6H_3O_5N_2Cl$. Ber. Cl 16.22. Gef. Cl 16.39.

¹⁾ Vergl. R. Kempf, J. pr. [2] 78, 236 [1908].

²⁾ Vergl. Faust und Saame, A. Suppl.-Bd. 7, 195 [1870].

C. Darstellung von Bromanil.

Man versetzt in einem mit Rückflußkühler versehenen Kölbchen 3 g Phenol mit 74 ccm konzentrierter Bromwasserstoffsäure ($d=1.38$) und fügt unter Kühlung 25 ccm konzentrierte Salpetersäure hinzu. Nach Aufhören der freiwillig einsetzenden Reaktion erhitzt man längere Zeit, vertreibt dann nach Entfernen des Rückflußkühlers das überschüssige Brom, filtriert nach dem Erkalten das ausgeschiedene, orangefarbene Produkt ab und wäscht es mit Wasser und Alkohol aus. Ausbeute: 4.3 g.

Schmp. 260—270°, nach dem Umkrystallisieren aus Toluol gegen 295°. Das königswäßrige Filtrat enthielt Oxalsäure.

Auch durch folgeweises Behandeln von Phenol mit überschüssigem Brom und starker Salpetersäure läßt sich Bromanil aus Phenol darstellen.

D. Einwirkung von Jod und Salpetersäure auf Phenol.

Ein Gemisch von 10 g Phenol und 30 g Jod wurde unter Eiskühlung mit 30 ccm konzentrierter Salpetersäure versetzt, nach dem Aufhören der freiwillig erfolgenden Reaktion längere Zeit am Rückflußkühler auf dem Wasserbade erhitzt und danach mit weiteren 20 ccm Salpetersäure behandelt. Von dem entstandenen dunkelrotbraunen, öligen Harz wurde dekantiert, dieses mit Wasser und Jodkaliumlösung gewaschen und hierauf mit Alkohol, worin es sich zum Teil löste, mazeriert. Die alkoholische Lösung ergab auf Wasserzusatz eine starke, bräunliche, z. T. krystallinische Fällung (14.2 g). Hieraus wurden durch Sublimation bei vermindertem Druck und Umkrystallisieren aus etwas verdünntem Alkohol lange, gelbe Krystallnadeln erhalten. Schmp. 106—107°. Es lag offenbar 2.4-Dinitro-6-jod-phenol vor, also das Analogon zu dem aus Phenol und Königswasser erhaltenen 2.4-Dinitro-6-chlor-phenol (siehe oben).

0.2141 g Sbst.: 17.2 ccm N (29°, 759 mm).

$C_6H_3O_5N_2I$. Ber. N 9.04. Gef. N 8.87.

Außerdem hatten sich bei der Reaktion in Alkohol unlösliche, halogenfreie Nitrokörper gebildet, die nicht näher untersucht wurden.