

Notiz über schwefelhaltige Derivate des *p*-Dichlorbenzols

Von

Erich Gebauer-Fülneegg und Erika Neumann

Aus dem Laboratorium für chemische Technologie der Universität Wien

(Vorgelegt in der Sitzung am 12. Juli 1923)

Durch Nitrierung des 1,4-Dichlorbenzolmonosulfochlorides mittels rauchender Schwefelsäure und Salpetersäure konnte der eine von uns gemeinsam mit Hans Figdor¹ ein Dichlormononitrobenzolsulfochlorid (F. P. 65⁰)² herstellen. Im Nachfolgenden sollen einige ergänzende Angaben über diese Verbindung gemacht werden. Es wurde bereits erwähnt, daß diese Verbindung beim Kochen mit Kalilauge eine charakteristische Orangefärbung ergibt. Im folgenden wurde nun die Beobachtung gemacht, daß hierbei Ausscheidung von orangefarbenen Blättchen erfolgt, welche, wie die Analyse und das chemische Verhalten zeigen, das Dikaliumsalz einer 1-Chlor-3-nitro-4-phenol-5-sulfosäure darstellen, die mit einem Molekül Wasser kristallisieren.

5·185 mg Substanz gaben 3·904 mg CO₂, 0·553 mg H₂O
 7·045 mg „ „ 4·662 mg BaSO₄
 10·285 mg „ „ 0·550 mg H₂O (Kristallwasser)
 9·735 mg „ „ 4·827 mg K₂SO₄.

Ber. für C₆H₄O₇ClNSK₂: C 20·71, H 1·16, S 9·22, H₂O 5·18, K 22·49%.
 Gef.: C 20·53, H 1·19, S 9·07, H₂O 5·35, K 22·25%.

Dieser Körper liegt, wie die intensive Färbung zeigt, in der chinoiden Aziform vor. Aus der alkalischen Mutterlauge kristallisieren weniger intensiv gefärbte Blättchen aus, welche das 1,4-Dichlor-3-nitrobenzol-5-sulfosaure Kalium darstellen.

5·140 mg Substanz gaben 4·347 mg CO₂, 0·570 H₂O
 5·416 mg „ „ 0·195 cm³ N (25°, 747 mm).

Ber. für C₆H₂O₅Cl₂NSK: C 23·14, H 0·65, N 4·50%.
 Gef.: C 23·07, H 1·24, N 4·05%.

Durch Behandeln des Dikaliumsalzes der 1-Chlor-3-nitro-4-phenol-5-sulfosäure mit verdünnter Schwefelsäure in alkoholischer Lösung entsteht das Monokaliumsalz der 1-Chlor-3-nitro-4-phenol-5-sulfosäure, welche aus verdünntem Alkohol in wohl ausgebildeten, kristallwasserfreien Nadeln sich abscheidet.

¹ Monatsh. f. Ch. 48, 627 (1927).

² Bei neuerlicher Darstellung wurde der konstante F. P. zu wiederholten Malen bei 59–60° beobachtet.

5·008 mg Substanz gaben 4·534 mg CO₂, 0·447 mg H₂O

7·390 mg " " 3·504 mg AgCl

7·135 mg " " 2·134 mg K₂SO₄.

Ber. für C₆H₃O₆ClNSK: C 24·38, H 1·03, Cl 12·15, K 13·41%.

Gef.: C 24·69, H 0·99, Cl 11·73, K 13·42%.

Durch Acetylieren entsteht das Acetylderivat.

An dieser Stelle sei auch noch eine in der Literatur kürzlich von Adolfo Quilico, Zentralblatt 1928, I. 1395, Gaz. chim. Ital. 57, 793 (1927) gemachte Angabe richtig gestellt, nach welcher aus Sulfaminsäure und Hydrochinon eine Hydrochinondisulfosäure erhältlich ist, die mittels Phosphorpentachlorid ein Disulfochlorid des *p*-Dichlorbenzols gibt, dessen Fusionspunkt mit 100° angegeben wird. Da dasselbe durch Thionylchlorid in 1, 2, 4, 5-Tetrachlorbenzol (Fusionspunkt 136°) übergeht, schrieb Quilico dem Dichlorbenzolsulfochlorid vom Fusionspunkt 100° die Konstitution eines 1, 4-Dichlorbenzol-2, 5-disulfochlorides zu. In der vorgenannten Arbeit³ wurden zwei isomere Dichlorbenzoldisulfochloride beschrieben, von denen das eine (1,4-Dichlorbenzol-2, 6-disulfochlorid) bei 114° schmilzt, während das zweite, das tatsächliche 1, 4-Dichlorbenzol-2, 5-disulfochlorid ist, das jedoch bei 182° schmilzt. Bei dem von Quilico beschriebenen Körper handelt es sich offenbar um ein Gemisch von isomeren Dichlorbenzolsulfochloriden, so daß die Angabe des Fusionspunktes von 100° für ein 1, 4-Dichlorbenzol-2, 5-disulfochlorid zu streichen ist.

Wir sehen uns zu dieser Notiz veranlaßt, damit der unrichtige Schmelzpunkt für das 1, 4-Dichlorbenzol-2, 5-disulfochlorid nicht in die Literatur Eingang findet, und haben auch Herrn Quilico hievon privat verständigt.

³ Monatsh. f. Ch. 48, 627 (1927).