

302 v. Stojentin: Einwirkung von Aethoxalylchlorid

Gefunden.	Berechnet.
74,33 % C	74,49 % C
4,79 „ H	4,87 „ H

Weitere Versuche mit dem obigen Trichloroxychinolin behalte ich mir vor.

Leipzig, Kolbe's Laboratorium, April 1884.

Ueber die Einwirkung von Aethoxalylchlorid auf Diphenylsulfoharnstoff und Triphenylguanidin;

vorläufige Notiz

von

M. v. Stojentin.

Um die noch wenig studirte Wirkungsweise des Aethoxalylchlorids auf stickstoffhaltige Verbindungen kennen zu lernen, habe ich, auf Anregung des Hrn. Prof. v. Meyer, Versuche unternommen, über welche ich im Folgenden unter Vorbehalt ausführlicher Mittheilungen kurz berichte.

Lässt man Aethoxalylchlorid vorsichtig auf in Benzol gelösten Diphenylsulfoharnstoff einwirken, so bildet sich unter heftiger Reaction ein gelbes, in verfilzten Nadeln von 231° Schmelztemperatur krystallisirendes Produkt, welches nach dem Umkrystallisiren aus viel heissem Alkohol die Zusammensetzung: $C_{21}H_{17}N_3S_2O$ hat. Seine chemische Constitution ist noch nicht sicher erkannt, doch wird sie sich aus dem Verhalten desselben ermitteln lassen. — Durch Behandeln der alkoholischen Lösung dieses Körpers mit salpetersaurem Silber wird er leicht entschweifelt; aus dem Filtrat vom Schwefelsilber krystallisirt eine Verbindung in feinen weissen Nadeln von 147° Schmelztemperatur aus; nach ihrer durch die Analyse festgestellten Zusammensetzung und nach ihrem Verhalten ist dieselbe die schon bekannte, auf anderem Wege dargestellte Diphenylparabansäure: $C_{15}H_{10}N_2O_3 = CO N_2 (C_6H_5)_2 (C_2O_2)''$ (Diphenyloxalylharn-

stoff). Mittelst Salpetersäure wurde daraus die Dinitrodiphenylparabansäure gewonnen.

Das ursprüngliche schwefelhaltige Produkt ($C_{21}H_{17}N_3S_2O$) liefert ebenfalls mit rauchender Salpetersäure ein Nitroprodukt, welches die Zusammensetzung $C_{21}H_{12}N_6S_2O_6$ hat und bei 235° schmilzt, dessen Constitution aber noch nicht mit hinlänglicher Sicherheit ermittelt ist. Dasselbe spaltet durch Erhitzen mit Wasser und leichter noch mit Alkalien P-Nitroanilin ab. — Wird das erst erhaltene (gelbe) Produkt bei Gegenwart von Anilin mit salpetersaurem Silber behandelt, so resultirt unter Austritt von Schwefelsilber eine gelbe, in Nadeln krystallisirende Verbindung, deren Untersuchung im Gange ist. Ferner wurde aus $C_{21}H_{17}N_3S_2O$ durch längere Einwirkung von salpetriger Säure ein in Aether lösliches und daraus in feinen concentrisch gelagerten Nadeln krystallisirendes Produkt erhalten.

Auf Triphenylguanidin wirkt Aethoxalylchlorid heftig ein; das durch Umkrystallisiren aus Alkohol gereinigte Produkt hat die Zusammensetzung: $C_{20}H_{16}N_3ClO$, schmilzt bei 190° . Das Chloratom desselben wird durch Digeriren mit alkoholischem Kali, sowie mittelst Natriumamalgam eliminirt. In beiden Fällen entsteht Triphenylguanidin.

Mit Salpetersäure giebt jenes Produkt unter heftiger Reaction ein rothes Harz, dass sich theilweise in Alkohol löst und durch Entfärben mittelst Thierkohle weisse Nadeln von der Schmelztemperatur 200° liefert.

Auch auf Phenylharnstoff wirkt Aetheralylchlorid bei geringem Erwärmen ein; es resultirt ein in Alkohol lösliches und daraus in seideglänzenden Nadeln von der Schmelztemperatur 120° krystallisirendes Produkt.

Ueber die nähere Untersuchung der im Obigen kurz beschriebenen Körper, sowie über die Einwirkung des Aethoxalylchlorids auf Diphenylharnstoff und ähnliche Verbindungen hoffe ich in Kürze berichten zu können.

Leipzig, Kolbe's Laboratorium, März 1884.
