

Mehrere Tage lang mit gewöhnlicher Salpetersäure (spec. Gew. 1.2) auf etwa 175° C. erhitzt, ergab das Chlornaphtalin eine Lösung, die zur Trockne verdampft einen gelblichweissen Rückstand lieferte. Nach vorhergegangenen Auflösen in Wasser, Filtriren und nochmaligen Verdampfen wurde derselbe schnell mit Wasser gewaschen, und das so gereinigte Produkt aus wässeriger Lösung unter dem Exsiccator krystallisiren gelassen, wobei es in nadelförmigen Krystallen anschoß. Eine Chlorbestimmung ergab:

	Gefunden	Berechnet für	
		Dinitrodichlorphtalsäure	Chlorphtalsäure
Cl	21.86	21.85	17.70.

Dieses Resultat deutet somit an, dass eine Dinitrodichlorphtalsäure gebildet worden ist. Weil das Material für eine Stickstoffbestimmung nicht ausreichte, so wurde noch mehr Trichlornaphtalin oxydirt, diesmal aber wurde das Rohr nur auf 150 — 160° erhitzt. Bei einer mit der so erhaltenen Substanz angestellten Stickstoffbestimmung erhielt ich jedoch nur sehr wenig Stickstoff. Dieses beweist, dass die Nitrirung erst bei einer Temperatur, die 150° C. übersteigt, stattfindet. Bei einem neueren Versuche stieg die Temperatur auf 175° und ergab die Chlorbestimmung 23.72 pCt., und die Stickstoffbestimmung fiel auch in Uebereinstimmung damit zu niedrig für eine Dinitrodichlorphtalsäure aus. Da indessen die Chlorbestimmungen deutlich zeigen, dass 2 Chloratome in die Phtalsäure eingegangen sind, so muss das  $\gamma$ -Trichlornaphtalin 2 Chloratome in dem einen, und eins in dem anderen Benzolkerne enthalten. Weil das  $\zeta$ -Trichlornaphtalin und das  $\gamma$ -Trichlornaphtalin auf analoge Weise dargestellt worden sind, so ist die Constitution dieser beiden Chlornaphtaline wahrscheinlich dieselbe mit dem Unterschiede, dass das einzelne Chloratom in jenem sich in der  $\beta$ -, in diesem in der  $\alpha$ -Stellung befindet.

Upsala, Universitätslaboratorium 1879.

#### 561. Oskar Widmann: Ueber eine Dichlornaphtalin- $\alpha$ -sulfonsäure und ihre Salze.

(Eingegangen am 24. Novbr.; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

In der vorbergehenden Mittheilung habe ich ein bei 148° C. schmelzendes Dichlornaphtalin- $\alpha$ -sulfonchlorid beschrieben. Wird dieses Chlorid mit Wasser in zugeschmolzenen Glasröhren auf etwa 140° erhitzt, so erhält man eine Lösung von einer entsprechenden Sulfonsäure,  $C_{10}H_5Cl_2SO_2OH$ . Wenn ihre Lösung erkaltet, so krystallisirt sie in langen, farblosen, glänzenden, platten Nadeln aus, die in kaltem Wasser ziemlich löslich sind.

Die Verbindung ist, wie die entsprechende  $\beta$ -Verbindung<sup>1)</sup>, eine sehr starke Säure, die Kohlensäure aus Carbonaten austreibt. Die Salze sind in Wasser schwer löslich und krystallisiren, einige in Nadeln, andere in Blättchen. Unter dem Exsiccator geht in den meisten Fällen ein Theil des Wassergehaltes weg. Um das rückständige zu entfernen, bedarf es oft einer Temperatur von beinahe 200°. Die Salze können eine sehr bedeutende Hitze vertragen ohne zersetzt zu werden. Solche gallertartige Krystallisationen, wie die Dichlornaphtalin- $\beta$ -sulfonsäure selbst und ihre Salze oft geben, sind in keinem Falle bei der vorliegenden Säure beobachtet worden.

Das Kaliumsalz,  $C_{10}H_5Cl_2SO_2OK + 2H_2O$ , wird durch Kochen des Sulfonchlorids mit alkoholischer Kalilauge und Umkrystallisiren des so bereiteten Salzes aus siedend heissem Wasser dargestellt. Wenn eine in der Wärme concentrirte Lösung sich abkühlt, so krystallisirt eine Verbindung von obenerwähnter Zusammensetzung in weissen, feinen, weichen, seideglänzenden, zu concentrischen Ballen vereinigten Nadeln aus. Bei gewöhnlicher Temperatur geht unter dem Exsiccator 1 Mol. Wasser, beim Erhitzen auf 180° das andere weg. 1 Th. bei 100° getrocknetes Salz löst sich in 115 Th. Wasser von 15°.

	Gefunden	Berechnet
K . . . . .	10.65	11.11
H <sub>2</sub> O (unter Exs.)	5.10	5.13
2 H <sub>2</sub> O (bei 180°)	10.19	10.25.

Das Natriumsalz,  $C_{10}H_5Cl_2SO_2ONa + H_2O$ , krystallisirt beim freiwilligen Abdunsten seiner Lösung in langen, glänzenden, platten Säulen aus. Das Salz verliert schon unter dem Exsiccator 1 Mol. Wasser, bei 195° entweicht der ganze Wassergehalt.

	Gefunden	Berechnet
Na	6.87	6.86
H <sub>2</sub> O	5.36	5.37
2 H <sub>2</sub> O	10.52	10.75.

Das Silbersalz,  $C_{10}H_5Cl_2SO_2OAg + 2H_2O$ , durch Sättigen der Säure mit Silbercarbonat dargestellt, setzt sich beim Erkalten auch sehr verdünnter Lösungen in weissen, seidenglänzenden Nadeln ab. Das ausgepresste Salz giebt unter dem Exsiccator kein Wasser ab, bei 100–110° aber entweicht 1 Mol.

	Gefunden	Berechnet
Ag	25.86	25.71
H <sub>2</sub> O	4.06	4.29.

Das Bariumsalz krystallisirt beim Abkühlen seiner Lösung in äusserst kleinen, feinen Nadelchen. Wird eine Lösung im Wasserbade verdampft, so bleibt ein weisser, krystallinischblättriger Rück-

<sup>1)</sup> Diese Berichte XII, 963.

stand. Das Salz ist in Wasser äusserst schwer löslich. 1 Th. im Wasserbade getrocknetes Salz löst sich in etwa 1650 Th. Wasser von gewöhnlicher Temperatur.

Das Calciumsalz,  $[C_{10}H_5Cl_2SO_2O]_2Ca + 4H_2O$ , krystallisirt beim Erkalten einer heiss concentrirten Lösung in weissen, glänzenden, quadratischen oder rectangulären Blättern, die in Wasser sehr schwer löslich sind. 1 Th. im Wasserbade getrocknetes Salz erfordert etwa 1270 Th. Wasser von  $14^0$  und 145 Th. siedendes, um gelöst zu werden. Das ausgepresste Salz enthält 4 Mol. Wasser, von dem ein Theil schon unter dem Exsiccator, ein anderer bei  $100^0$  weggeht; wasserfrei wird es erst beim Erhitzen auf  $190^0$  C.

	Gefunden	Berechnet
Ca	5.92	6.02
$4H_2O$	10.52	10.84.

Das Bleisalz krystallisirt aus einer siedendheissen Lösung in kleinen, glänzenden Nadeln, die in Wasser schwer löslich sind. 1 Th. unter dem Exsiccator getrocknetes Salz wird bei gewöhnlicher Temperatur in ungefähr 700 Th. Wasser gelöst.

Das Zinksalz,  $[C_{10}H_5Cl_2SO_2O]Zn + 7H_2O$ , krystallisirt in schönen, perlmutterglänzenden Blättern aus, wenn eine in der Wärme ziemlich concentrirte Lösung sich abkühlt. Es ist in kaltem Wasser schwer, in warmem leichter löslich. Es enthält 7 Mol. Wasser, von denen  $2\frac{1}{2}$  unter dem Exsiccator, die übrigen bei  $180^0$  entweichen.

	Berechnet	Gefunden
Zn	8.89	8.74
$2\frac{1}{2}H_2O$	6.09	6.05
$7H_2O$	16.89	16.96.

Das Amid,  $C_{10}H_5Cl_2SO_2NH_2$ , wird erhalten, wenn das entsprechende Chlorid mit Aetzammoniak gekocht wird. Nachdem man die Lösung zur Trockne verdampft und den Rückstand mit Wasser gewaschen hat, wird die Verbindung aus Alkohol umkrystallisirt. Sie bildet platte, federähnliche Krystallgruppen, die gegen  $250^0$  unter Schwärzung schmelzen. Der Körper ist in Alkohol sehr leicht und sogar in Wasser etwas löslich.

	Gefunden	Berechnet
C	43.23	43.49
H	2.81	2.54
N	5.47	5.07.

Upsala, Universitätslaboratorium 1879.