

$C_{16}H_{14}N_4$. Ber. C 73.29, H 5.35, N 21.37.

Gef. » 73.74, » 6.08, » 21.44.

Über die vergeblichen Versuche, Ringschließung beim 2-Methyl-3-amino-chinolin zu erreichen, siehe die Dissertation von F. Hoffmann, loc. cit.

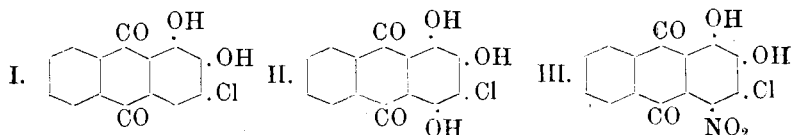
356. Gustav Heller: Über den Ersatz der Sulfogruppe durch Halogen bei Oxy-anthrachinon-sulfosäuren.

[Mitteil. a. d. Laboratorium für angewandte Chemie der Universität Leipzig.]

(Eingegangen am 9. August 1913).

Da in letzter Zeit die von W. Kelbe herrührende Reaktion¹⁾, bestehend in dem Ersatz der Sulfogruppe durch Halogen, in der Anthrachinonreihe verschiedentlich angewandt worden ist²⁾, so möge auf die D. R.-P. 77179 und 78642 hingewiesen werden, in denen diese Umsetzung zuerst von mir in der Technik auf die β -Sulfosäure des Alizarins und verwandte Substanzen übertragen wurde und gute Resultate gab. Es wird so ein einheitliches Chlor- und Brom-alizarin gewonnen, während die bisher beschriebenen Substanzen³⁾ dies vielleicht nicht sind.

β -Chlor-alizarin von der Formel I geht bei der Einwirkung von



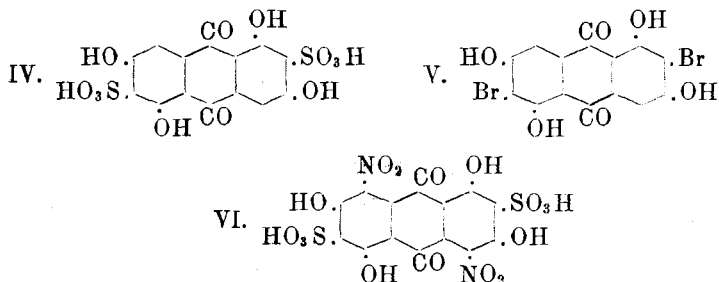
Nitriersäure in schwefelsaurer Lösung in Chlor-purpurin (II) über, ähnlich wie sich Purpurin-sulfosäure aus Alizarin-sulfosäure unter gleichen Bedingungen bildet (vergl. D. R.-P. 84774). Nitriert man aber in Eisessiglösung mit Salpetersäure, so bildet sich α -Nitro- β -chlor-alizarin (III), dessen Konstitution sich aus der Überführbarkeit in Phthalsäure ergibt. Durch den Eintritt der negativen Gruppen in einen Benzolkern erlangt die in α -Stellung befindliche Nitrogruppe eine ähnliche Beweglichkeit wie das Chlor im Pikrylchlorid und tauscht sich sehr leicht in soda-alkalischer Lösung gegen basische Reste aus. Die Reaktion verläuft aber nicht glatt; es scheint zum Teil noch mehr Anilin in das Molekül einzutreten.

¹⁾ B. 15, 39 [1882]; 16, 617 [1883].

²⁾ D. R.-P. 97287, 205195, 205913, 214150, 214714; A. 381, 2 [1911]; B. 46, 1066 [1913].

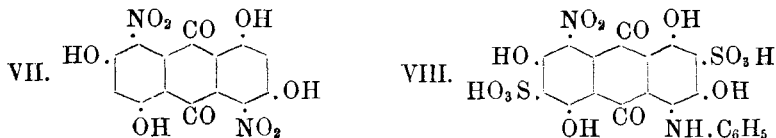
³⁾ s. Beilstein, Bd. III, S. 422 und Ergänzungsband.

Die Anthrachryson-disulfosäure (IV) geht bei der Einwirkung von Brom in Tetrabrom-anthrachryson über, während bei der Einwirkung von Chlor zuerst eine Dichlor-disulfosäure entsteht. β, β' -Dibrom-anthrachryson (V) bildet sich bei der Einwirkung von freiem Brom



auf Anthrachryson, während das entsprechende Dichlorderivat nach der Chandelonischen Methode¹⁾ durch Einwirkung von alkalischer Natriumhypochlorit-Lösung erhalten wird.

Die nach D. R.-P. 70806 erhältliche Dinitro-anthrachryson-disulfosäure (VI) und das daraus durch Abspaltung der Sulfogruppen gebildete Dinitro-anthrachryson (VII) (siehe D. R.-P. 71964) zeigten ein gleiches Verhalten gegen Anilin wie Nitro-chlor-alizarin; doch ist be-



achtenswert, daß unter den milden Versuchsbedingungen vorwiegend nur eine Nitrogruppe ausgetauscht wird²⁾.

Der Umstand, daß in dem Dichlor- und Dibrom-anthrachryson unter denselben Verhältnissen kein Halogen herausgelöst wird, beweist die Stellung der Substituenten als in β -befindlich, ebenso wie bei der Anthrachryson-disulfosäure.

Experimenteller Teil. (Mitbearbeitet von Siegfried Skraup.)³⁾
 β -Brom-alizarin.

Zur Darstellung des β -Brom-alizarins wurde sowohl käufliches alizarin-sulfosaures Natrium verwandt, welches in der achtfachen Menge

¹⁾ B. 16, 1749 [1833].

²⁾ Bezüglich der Beweglichkeit des Chlors und der leichteren Austauschbarkeit der Substituenten in α - gegenüber der in β -Stellung, s. A. 380, 319 [1911]; 381, 1 [1911]; 388, 217 [1912]; B. 45, 794 [1912].

³⁾ Näheres siehe Inaugural-Dissertation von Siegfried Skraup. Halle a. S., H. John, 1913.

Wasser gelöst und mit Schwefelsäure angesäuert wurde, als auch Alizarin, welches durch mehrstündiges Erwärmen mit drei Teilen rauchender Schwefelsäure (20-prozentig) auf dem Wasserbade bis zur Wasserlöslichkeit sulfuriert wurde; es wurde dann in zehn Teile Wasser eingetragen und in die Lösung unter Rühren bei 95° tropfenweise Kalium-bromid-bromat-Lösung zufließen gelassen, bis die Menge des entstehenden Niederschlages nicht mehr zunahm. Die mit Wasser gut ausgewaschene und bei 120° getrocknete Substanz wird wiederholt mit der sechsfachen Menge Essigester extrahiert. Die erkalteten Lösungen werden von wenig Verunreinigung abfiltriert und bis zur Krystallisation eingedampft. Fraktionen, die unter 257° schmelzen, extrahiert man nochmals und krystallisiert schließlich die Substanz aus Toluol um (1 Teil aus 75 Vol.-Teilen), wobei braunrote Nadelrosetten vom Schmp. 260—261° erhalten werden.

0.1896 g Sbst.: 0.3648 g CO₂, 0.0386 g H₂O. — 0.2075 g Sbst.: 0.1234 g AgBr. — 0.2181 g Sbst.: 0.1275 g AgBr.

C₁₄H₇O₄Br. Ber. C 52.67, H 2.21, Br 25.06.¹⁾

Gef. » 52.47, » 2.28, » 25.30, 24.88.

Die Verbindung krystallisiert auch leicht aus heißem Eisessig, sie ist ferner gut löslich in Amylalkohol, ziemlich leicht in Aceton und Alkohol, im übrigen schwer. Auch von heißem Wasser wird sie etwas aufgenommen und die erkaltete Lösung gibt mit Chlorkalium und Kochsalz violette Niederschläge. In verdünntem Alkali löst sich Bromalizarin mit blauvioletter, in der Durchsicht bordeauxroter Farbe, durch stärkere Lauge wird ein Salz gefällt. Natriumacetat löst in der Hitze mit weinroter Farbe; konzentrierte Schwefelsäure nimmt mit roter, rauchende mit schmutzig violetter Farbe auf. Die Verbindung färbt metallgebeizte Baumwollstreifen gelbstichiger und schwächer an als Alizarin. Der Aluminiumlack ist mehr ziegelrot, und schwächer sind namentlich Co-, Cu-, Cr- und Zn-Beizen.

Diacetyl-brom-alizarin.

Die Acetylierung nach der Liebermannschen Methode verläuft nicht glatt. Zur Reinigung wird die Substanz aus der zwanzigfachen Menge Aceton unter Zusatz von Tierkohle umkrystallisiert und dann aus Chloroform und Ligroin. Bläßgelb. Schmp. 204—205°. Leicht löslich in heißem Benzol und Chloroform.

0.1706 g Sbst.: 0.3348 g CO₂, 0.0459 g H₂O.

C₁₈H₁₁O₆Br. Ber. C 53.59, H 2.75.

Gef. » 53.53, » 3.01.

¹⁾ Zur Brombestimmung nach Pringsheim wurde die Lösung mit Permanganat nachoxydiert und dadurch bei schwer zerstörbaren Substanzen die Loslösung des Halogens vollendet.

β -Chlor-alizarin (Formel I).

In die heiße Lösung der Alizarin-sulfosäure wird so lange Chlor einge-
leitet, bis der Niederschlag nicht mehr zunimmt; dieser wird wieder-
holt aus Toluol umkrystallisiert und dann aus Eisessig.

0.1830 g Sbst.: 0.4072 g CO₂, 0.0436 g H₂O. — 0.2550 g Sbst.: 0.1323 g AgCl.

C₁₄H₇O₄Cl. Ber. C 61.20, H 2.57, Cl 12.92.

Gef. » 60.69, » 2.66, » 12.83.

Die Substanz schmilzt bei 270—271°. Die Farbenerscheinungen und Lösungsverhältnisse sind ähnlich wie die des Bromalizarins; die Lösung in Natriumcarbonat ist weinrot, beim Erhitzen blauviolett; leicht blauviolett, löslich in Ammoniak. Die Ausfärbungen sind in der Nuance fast gleich wie oben, Kupfer und Bleilacke sind weniger lebhaft, die Ausfärbungen bluten geringer als die des Bromalizarins.

Dibenzoyl-chlor-alizarin läßt sich am besten in Pyridin erhalten, wird aus Eisessig krystallisiert, wobei eine rote, oberhalb 300° schmelzende Substanz zurückbleibt, eventuell noch in Benzol aufgenommen, dieses verdampft und wieder aus Eisessig umkrystallisiert. Schmp. 184°. Gut löslich in Aceton, wenig in Alkohol, wird von alkoholischer Kalilauge leicht zum Ausgangskörper verseift.

 β -Chlor-purpurin (Formel II).

Ein Teil Chlor-alizarin wurde in 5 Teilen konzentrierter Schwefel-
säure gelöst, unter Eiskühlung 2.15 Teile einer Nitriersäure zugesetzt, die in 500 g 1 Mol Salpetersäure enthielt und eine Stunde in Eis, sechs Stunden bei Zimmertemperatur stehen gelassen und dann in gekühltes Wasser gegossen. Zur Reinigung wird die Verbindung mehrere Male aus Xylol krystallisiert; sie schmilzt bei 242—244° und ist stickstofffrei.

0.1764 g Sbst.: 0.3729 g CO₂, 0.0414 g H₂O. — 0.1828 g Sbst.: 0.0898 g AgCl.

C₁₄H₇O₅Cl. Ber. C 57.83, H 2.43, Cl 12.21.

Gef. » 57.65, » 2.63, » 12.15.

Ziemlich leicht löslich in Amylalkohol, Aceton, mäßig auch in Benzol, Eisessig und Essigester. Die alkalische Lösung ist rötlichblau, in Durchsicht purpurrot. Konzentrierte Schwefelsäure löst mit etwas gelbstichig roter Farbe, rauchende trübt. Die Ausfärbungen sind nicht sehr abweichend, die Lacke der seltenen Erden sind beträchtlich rotstichiger.

 α -Nitro- β -chlor-alizarin (Formel III).

Ein Teil Chlor-alizarin wird in acht Teilen Eisessig fein verteilt und mit 0.5 Teilen 66-prozentiger Salpetersäure über Nacht stehen gelassen und schließlich eine halbe Stunde auf 40—45° erwärmt. Nach

dem Filtrieren reinigt man am besten mit Natriumacetat, welches in der Hitze rot löst und beim Erkalten ein schwer lösliches Salz liefert, und krystallisiert dann die im allgemeinen schwer lösliche Substanz aus viel heißem Eisessig um, wobei orangegelbe Nadeln sich bilden. Sie erleiden gegen 220° eine geringe Zersetzung unter Dunkelrotfärbung, hellen sich bei weiterem Erhitzen auf und schmelzen bis 285° nicht. Schwefelsäure löst nur langsam mit schwach gelber Farbe, Alkali und Soda blauviolett. Die Ausfärbungen sind schwächer und gelbstichiger als die des Chlor-alizarins, der Eisenlack ist braunviolett.

0.1268 g Sbst.: 4.6 ccm N (15.5° , 754 mm).

$C_{14}H_6O_6NCl$. Ber. N 4.38. Gef. N 4.26.

Durch Oxydation der alkalischen Lösung mit Permanganat in der Hitze, Ansäuern und Ausäthern läßt sich Phthalsäure erhalten.

α -Anilino- β -chlor-alizarin.

Ein Teil Nitro-chlor-alizarin wird in 20 Teilen Wasser und einem Teil calcinierter Soda gelöst und unter Zusatz von 0.9 Teilen Anilin 6 Stunden auf dem Wasserbade erhitzt. Nach dem Erkalten wird das abgeschiedene Salz abfiltriert, in heißem Wasser gelöst und angesäuert. Die freie Verbindung wird zunächst mit Benzol ausgekocht, worin sie ziemlich leicht mit blauer Farbe löslich ist und das nach dem Erkalten auskrystallisierte Produkt aus Alkohol krystallisiert und dann wieder aus Benzol. Man erhält schwärzliche Nadeln, aus Benzol sowie Eisessig Tafeln oder Stäbchen vom Schmp. $223-224^{\circ}$. Die Substanz wird von Soda beim Erwärmen mit bordeauxroter Farbe aufgenommen, konzentrierte Schwefelsäure löst honiggelb. Gebeizte Baumwolle wird kräftig blauviolett angefärbt (der Eisenlack ist violett-schwarz), chromgebeizte Wolle violett.

0.1207 g Sbst.: 0.2895 g CO_2 , 0.0421 g H_2O . — 0.1663 g Sbst.: 6.00 ccm N (17° , 750 mm).

$C_{20}H_{12}O_4NCl$. Ber. C 65.66, H 3.28, N 3.83.

Gef. » 65.41, » 3.87, » 4.11.

Anthrachryson-Natrium.

Zur Reinigung des technischen Anthrachrysons werden 50 g mit 75 g Wasser und 33-prozentiger Natronlauge bis zur Lösung erhitzt und dann noch 175 g derselben Lauge zugegeben. Die erhaltene Krystallisation wird scharf abgesogen, mit Natronlauge gewaschen, in der vierfachen Menge Wasser heiß gelöst und sechs Volumteile Alkohol zugegeben. Das erhaltene, lebhaft rot glänzende Natriumsalz enthält 13 Mol. Krystallwasser.

1.1049 g Sbst. verloren bei 165° 0.4369 g Wasser.

$C_{14}H_6O_6Na_4 + 13H_2O$. Ber. H_2O 39.39. Gef. H_2O 39.54.

0.1247 g wasserfreie Sbst.: 0.0966 Na_2SO_4 .

$\text{C}_{14}\text{H}_4\text{O}_6\text{Na}_4$. Ber. Na 25.55. Gef. Na 25.09.

Das aus dem Salz isolierte Anthrachryson ist rein goldgelb. Aus dem Natriumsalz läßt sich mit Chlorammonium das Ammoniumsalz erhalten, welches beim Kochen mit Wasser dissoziiert.

Anthrachryson-disulfosaures Natrium (Formel IV).

Die Angaben über die Darstellung der Anthrachryson-disulfosäure im D. R.-P. 70803 sind ungenau, da man unter den dort angegebenen Versuchsbedingungen ein Gemisch von Mono- und Disulfosäure erhält. Ein nach der Vorschrift erhaltenes Produkt ergab 7.28 % Na und 10.27 % S, während für anthrachryson-disulfosaures Natrium 9.66 % Na und 13.47 % S und für das monosulfosaure Salz 6.15 % Na und 8.57 % S berechnet sind. Man verfährt zweckmäßig folgendermaßen: 16 g Anthrachryson werden mit 64 g 20-prozentiger, rauchender Schwefelsäure mehrere Stunden auf 115–120° erhitzt, dann noch 16 g der Säure zugegeben und nochmals längere Zeit auf 120° erhitzt. Man gießt in 900 ccm Wasser ein, kocht auf, filtriert und versetzt mit Natriumcarbonat bis zur alkalischen Reaktion, wobei sich basisch anthrachrysondisulfosaures Natrium als rotbrauner Niederschlag abscheidet. Ausbeute ca. 24 g.

6 g dieses Salzes wurden mit 360 ccm Wasser erhitzt, 6 ccm $10/1$ -n. Salzsäure und nach dem Filtrieren 90 ccm $1/1$ -Natriumacetatlösung zugesetzt. Beim Erkalten krystallisiert das Natriumsalz in funkelnden, kupferfarbigen Plättchen aus und wird aus Wasser unter Zusatz von Essigsäure umkrystallisiert und bei 120° getrocknet.

0.1709 g Sbst.: 0.1640 g BaSO_4 . — 0.2188 g Sbst.: 0.0643 g Na_2SO_4 .

$\text{C}_{14}\text{H}_6\text{O}_6(\text{SO}_3\text{Na})_2$. Ber. S 13.47, Na 9.66.

Gef. » 13.18, » 9.52.

Die β -Stellung der beiden Sulfogruppen ergibt sich einerseits aus dem Unvermögen, mit Anilin in wäßriger Lösung zu reagieren, im Gegensatz zu dem in α -substituierten Dinitro-anthrachryson, andererseits aus der Tatsache, daß in die beiden noch freien α -Stellen zwei Nitrogruppen eintreten können unter Bildung von Dinitro-anthrachryson-disulfosäure, von denen dann eine leicht austauschbar ist.

Erhitzt man einen Teil Anthrachryson mit etwas mehr als der für den Eintritt einer Sulfogruppe berechneten Menge einer verdünnten, rauchenden Schwefelsäure längere Zeit auf dem Wasserbade und löst heiß in 200 Tln. Wasser, so scheidet sich beim Erkalten ein gelber Niederschlag ab, welcher aus heißem Wasser umkrystallisiert werden kann. Er scheint die Monosulfosäure zu sein.

Tetrabrom-anthrachryson.

Ein Teil anthrachryson-disulfosaures Natrium wird heiß in der 30-fachen Menge Wasser unter Zugabe von Essigsäure gelöst und in

der Hitze allmählich ein Teil Brom, in Eisessig gelöst, zufließen gelassen und noch einige Zeit erhitzt. Bei Zugabe von weniger Brom entsteht kein Dibrom-anthrachryson. Die Angabe des D. R.-P. 78642 ist demnach zu korrigieren. Der Niederschlag wird in verdünnter Lauge gelöst und in der Hitze mit Chlorammonium versetzt. Das erhaltene, schwer lösliche Ammoniumsalz wird aus heißem Wasser umkrystallisiert, daraus die Verbindung frei gemacht und aus Nitrobenzol umgelöst. Dunkelrote, glänzende Nadeln; Schmelzpunkt oberhalb 300°.

0.1815 g Sbst.: 0.1892 g CO₂, 0.0194 g H₂O. — 0.1466 g Sbst.: 0.1845 g AgBr.

C₁₄H₄O₆Br₄. Ber. C 28.59, H 0.69, Br 54.39

Gef. » 28.43, » 1.20, » 53.56.

Die Lösungen in Alkalien und heißem Natriumacetat sind rot. Konzentrierte Schwefelsäure löst schwer violettrosa, rauchende schwarzblau, in der Durchsicht dunkelrot. In organischen Solvenzien ist die Substanz schwer löslich. Die Ausfärbungen auf gebeizter Baumwolle sind schwächer als die von Anthrachryson selbst.

Mit Anilin setzt sich die Substanz schon in heißer Natriumacetatlösung um, wobei dunkelfarbige, aber wenig einheitliche Verbindungen entstehen.

β,β' -Dibrom-anthrachryson (Formel V).

5 g fein zerriebenes Anthrachryson wurden in 30 g Eisessig suspendiert, 23.5 g einer 25-prozentigen Brom-Eisessiglösung zugegeben und 18 Stunden bei gewöhnlicher Temperatur stehen gelassen, dann 2 Stunden auf dem Wasserbade erhitzt, wobei Bromwasserstoff entweicht. Das durch Eingießen in Wasser erhaltene Produkt wird in verdünnter Lauge gelöst, mit Chlorammonium das schwer lösliche Salz gebildet und dieses aus Wasser umkrystallisiert. Die freie Verbindung kann weiter durch Aufnehmen in Natriumacetat-Lösung und Wiederabscheiden gereinigt und aus Aceton umkrystallisiert werden. Orangerote Nadeln, die bis 290° nicht schmelzen.

0.1858 g Sbst.: 0.2664 g CO₂, 0.0324 g H₂O. — 0.1691 g Sbst.: 0.1417 g AgBr.

C₁₄H₆O₆Br₂. Ber. C 39.08, H 1.41, Br 37.18.

Gef. » 39.10, » 1.95, » 35.66.

Die Substanz ist in organischen Solvenzien schwer löslich; von alkalischen Mitteln wird sie mit gelber bis oranger Farbe aufgenommen, von konzentrierter Schwefelsäure mit blautichig roter, von rauchender Säure mit violett purpurroter Farbe. Beizen werden etwas stärker angefärbt als von dem nur schwach aufziehenden Anthrachryson. Die

Substanz wird von Anilin in Natriumacetat oder soda-alkalischer Lösung auch bei längerem Erhitzen nicht angegriffen.

β, β' -Dichlor-anthrachryson.

12 g Anthrachryson-Natrium ($\frac{1}{50}$ Mol) wurden in 100 ccm heißen Wassers gelöst und allmählich mit 160 ccm einer soda-alkalischen Natriumhypochlorit-Lösung (entsprechend $\frac{1}{25}$ Mol NaOCl) versetzt, noch einige Zeit erwärmt und dann angesäuert. Erhalten wurden 5 g. Man krystallisiert zunächst aus Eisessig und Tierkohle um, dann aus Alkohol und erhält orangefarbige, seidenglänzende Nadeln, die oberhalb 290° schmelzen. Leicht löslich in Aceton; die Farbenerscheinungen sind denen des Dibrom-anthrachrysons sehr ähnlich. Gebeizte Baumwolle wird nur schwach braunorange angefärbt.

0.1481 g Sbst.: 0.1248 g AgCl.

$C_{14}H_6O_6Cl_2$. Ber. Cl 20.84. Gef. Cl 20.84.

Läßt man Chlor auf die wäßrige Lösung der Anthrachryson-disulfosäure in der Hitze einwirken, so entsteht zunächst eine Dichlor-anthrachryson-disulfosäure, welche wegen ihrer leichten Löslichkeit schwer zu reinigen ist, und dann ein amorphes, in Wasser unlösliches Produkt.

α -Nitro- α' -anilino-anthrachryson-disulfosaures Natrium
(Formel VIII).

Die Dinitro-anthrachryson-disulfosäure wurde nach den Angaben des D. R.-P. 70806 unter Berücksichtigung der oben für die Gewinnung der Anthrachryson-disulfosäure gültigen Bedingungen dargestellt. Sie kann von geringen Mengen unveränderter Disulfosäure durch Lösen in Soda befreit werden, wobei letztere sich ausscheidet.

8 g Dinitro-anthrachryson-disulfosäure wurden in 80 ccm $\frac{2}{1}$ -n. Sodalösung aufgenommen und nach Zugabe von 4 g Anilin auf dem Wasserbade 5 Stunden erhitzt. Der beim Ansäuern der heiß filtrierte Lösung entstehende Niederschlag wird aus verdünnter Natriumacetat-Lösung umkrystallisiert und bei 135 – 140° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Das entstehende, drei Atome Natrium enthaltende Salz, bildet dunkelblauviolette Kryställchen mit Kupferglanz, ist in heißem Wasser mit violetter Farbe löslich, in Soda und Alkali sehr schwer. Konzentrierte Schwefelsäure löst mit braunroter Farbe, die durch Zugabe von Borsäure grünstichig blau wird. In saurem Bade zieht der Farbstoff auf Wolle mit hellviolettblauer Farbe, chromgebeizte Wolle wird rotstichig blau gefärbt.

0.1935 g Sbst.: 0.2709 g CO_2 , 0.0317 H_2O . — 0.1092 g Sbst.: 0.0790 g $BaSO_4$. — 0.1378 g Sbst.: 0.0444 g Na_2SO_4 .

$C_{20}H_9O_{14}N_2S_2Na_3$. Ber. C 37.84, H 1.43, S 10.11, Na 10.88.
Gef. » 38.18, » 1.83, » 9.93, » 10.43.

α, α' -Dinitro-anthrachryson (Formel VII).

Das nach D. R.-P. 71966 durch Abspaltung der Sulfo-Gruppe aus Dinitro-anthrachryson-disulfosäure erhaltene Produkt wird zur Reinigung in $\frac{2}{1}$ -n. Kalilauge gelöst und mit der 30-fachen Menge 50-prozentiger Lauge versetzt. Das beim Durchrühren erhaltene Salz wird scharf abgesogen, mit Alkali gewaschen und die freie Verbindung ausgefällt, die beim Erwärmen auf dem Wasserbade krystallinisch wird und durch Lösen in Alkohol unter Zugabe von etwas Eisessig und Versetzen mit Wasser gereinigt wird. Die Substanz schmilzt bis 290° nicht, färbt sich aber allmählich dunkel.

0.2166 g Sbst.: 0.3711 g CO_2 , 0.0345 g H_2O . — 0.194' g Sbst.: 12.6 ccm N (17° , 742 mm).

$C_{14}H_6O_{10}N_2$. Ber. C 46.40, H 1.67, N 7.74.
Gef. » 46.72, » 1.78, » 7.46.

α -Anilino- α' -nitro-anthrachryson.

2.5 g Dinitro-anthrachryson wurden mit 2 g calcinierter Soda in 25 ccm Wasser gelöst, 2 g Anilin zugesetzt und 5 Stunden auf dem Wasserbade erhitzt, dann nach dem Filtrieren in der Hitze kalt angesäuert. Die Substanz wird zunächst in der 40-fachen Menge Eisessig heiß gelöst, mit 120 Tln. siedenden Wassers versetzt und heiß filtriert. Der krystallinische Niederschlag besteht aus zwei Substanzen. Man kocht mit 150 Vol.-Teilen Toluol auf, wobei ein grünes Pulver zurückbleibt, welches aus Methylalkohol krystallisiert und kompliziert zusammengesetzt zu sein scheint. Die aus dem Toluol erhaltene und mehrmals krystallisierte Substanz bildet schwarzblaue Nadeln mit Kupferglanz, welche sich in Alkohol, Eisessig und Aceton leicht lösen. Die Lösung in Alkali ist dunkelvioletrot und spaltet beim Kochen langsam Anilin ab. Konzentrierte Schwefelsäure löst gelbbraun, rauchende dunkelgrün. Gebeizte Baumwolle wird in blauen (Aluminiumlack) bis blauschwarzen (Eisenlack) Tönen gefärbt, wobei das Bad gut ausgezogen wird. Wolle wird im sauren Bade dunkelblau, chromgebeizte Wolle schwarzblau gefärbt.

0.1332 g Sbst.: 0.2866 g CO_2 , 0.0376 g H_2O . — 0.1918 g Sbst.: 0.4082 g CO_2 , 0.0492 g H_2O . — 0.1754 g Sbst.: 9.80 ccm N (18° , 743 mm). — 0.1735 g Sbst.: 10.05 ccm N (17° , 742 mm).

$C_{20}H_{12}O_8N_2$. Ber. C 58.80, H 2.96, N 6.86.
Gef. » 58.68, 58.05, » 3.16, 2.87, » 6.41, 6.66.