

## 52. Oskar Baudisch und J. Haftka †: Über *o,o*-Dioxy-azoxybenzol.

(Eingegangen am 30. Dezember 1916.)

Um zum *o,o*-Dioxy-azoxybenzol<sup>1)</sup> zu gelangen, stellten wir zunächst Bis-(*p*-toluolsulfuryl)-*o,o*-dioxyazoxybenzol her.

Zu einer Lösung von 4.5 g *p*-Toluolsulfonsäure-(*o*-hydroxylamino-phenyl)-ester<sup>2)</sup> in 70 ccm Essigäther, werden 3 g geschmolzenes Natriumsulfat und 2 g trocknes Silberoxyd hinzugegeben und das Ganze eine Stunde lang geschüttelt. Die filtrierte grüne Essigätherlösung wird mit einer solchen von 4.5 g *p*-Toluolsulfonsäure-(*o*-hydroxylamino-phenyl)-ester solange am Wasserbade erhitzt, bis die nunmehr dunkelbraune Flüssigkeit Fehlingsche Lösung nicht mehr reduziert, was nach drei Stunden erreicht wurde. Beim Stehen im Eisschrank scheiden sich schwarze Klümpchen aus, die nach dem Umkrystallisieren aus Chloroform und aus Aceton strohgelbe Kryställchen vom Schmp. 145—147° darstellen. Die Kondensation kann vorteilhafter bei gewöhnlicher Temperatur ausgeführt werden, jedoch dauert der Versuch mit den oben angegebenen Mengen 10—12 Wochen. Nach dieser Zeit waren in dem Reaktionsgemisch strohgelbe, längliche Säulen ausgeschieden, welche sich als reines Bis-(*p*-toluolsulfuryl)-*o,o*-dioxyazoxybenzol erwiesen.

0.1325 g Sbst.: 5.9 ccm N (17°, 724 mm).

$C_{26}H_{22}O_7N_2S_2$ . Ber. N 5.2. Gef. N 4.99.

Die acetonische Lösung dieser Verbindung wird mit kochender konzentrierter Kalilauge verseift. Aus der tiefroten Lösung fallen beim Ansäuern gelbe Flocken aus, die nach abermaligem Umfällen und nachheriger Krystallisation aus Alkohol und aus Xylol bei 154—155° schmelzen.

0.1138 g Sbst.: 12.9 ccm N (19°, 725 mm).

$C_{12}H_{10}N_2O_3$ . Ber. N 12.2. Gef. N 12.36.

Die hellgelben, durchsichtigen Rhomboeder des *o,o*-Dioxyazoxybenzols wurden noch mehreremale aus verschiedenen Lösungsmitteln krystallisiert, da nach Isomeren gefahndet wurde. Diese Versuche blieben jedoch erfolglos. Die alkoholischen Lösungen der Verbindung geben mit verschiedenen Metallen innere Komplexsalze. Das ganz charakteristische Kupfersalz ist tabakbraun gefärbt und ganz ähnlich dem *o*-Oxy-azobenzolkupfer<sup>3)</sup>.

Zürich, Chemisches Universitätslaboratorium.

<sup>1)</sup> Über 3,3'-Dioxyazoxybenzol, s. J. pr. [2] 68, 474; über 4,4'-Dioxyazoxybenzol, s. Ch. Z. 1902, 52; B. 21, 2616 [1888].

<sup>2)</sup> B. 45, 1164 [1912].

<sup>3)</sup> B. 33, 1939 [1900].