



Den Bildungsmechanismus der Substanzen A und B haben wir nicht untersucht. Üblicherweise erhält man bei Umsetzungen von Brom- und Jodphenolen mit überschüssigem Nitrit einen Austausch des Halogens durch eine Nitrogruppe<sup>3)</sup>; die als Zwischenstufe postulierte Nitrosoverbindung läßt sich im allgemeinen nicht isolieren. Die Reaktion von 1 mit Nitrit bildet hier offenbar eine Ausnahme.

## Experimenteller Teil

*IR-Spektren:* KBr-Preßlinge, „Unicam SP 1100“.

*UV-Spektren:* „Perkin-Elmer 402“.

*Reaktion von Jodhydroxychinolinsulfonsäure (1) mit Natriumnitrit.*

2,0 g 1 werden zusammen mit 10,0 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$  in wenig Wasser gelöst, auf 120 ml verdünnt und dazu 27,8 ml 3 N HCl, eine Lösung von 1,0 g  $\text{NaNO}_2$  in 10 ml Wasser und 60 ml  $\text{CHCl}_3$  gegeben. Nach mehrstdg. Stehen bei Raumtemp. kristallisiert Substanz A. Ausb.: 0,85 g. Umkrist. aus Wasser. UV (Wasser):  $\lambda_{\text{max}} = 255, 283, 395 \text{ nm}$ ;  $\lambda_{\text{min}} = 228, 275, 365 \text{ nm}$ . Durch Trocknen bei  $100^\circ$  tritt Gewichtsverlust von 5–6 % ein; dabei ändert sich die Farbe von Gelb nach Orange. Beim Aufbewahren an der Luft bildet sich die gelbe Farbe zurück; gleichzeitig wird das Ausgangsgewicht wieder erreicht.

Zur Isolierung von Substanz B wird die wäßrige Phase des Filtrats mit  $\text{CHCl}_3$  mehrmals gewaschen und auf wenige ml eingengt. In der heiß filtrierte Lösung bilden sich nach einigen h gelbe Kristalle. Ausb.: 0,2 g. Umkrist. aus Wasser. Zers.P.  $270\text{--}285^\circ$ . UV (Wasser):  $\lambda_{\text{max}} = 232, 295, 383 \text{ nm}$ ;  $\lambda_{\text{min}} = 220, 274, 321 \text{ nm}$ .

*DC von 1, 2 und 3.*

DC-Karten SIF Kieselgel „Riedel-de Haën“. Fließmittel: Ameisensäure:  $\text{CHCl}_3$  : Aceton = 40 : 35 : 25. Rf 1 = 0,55; Rf 2 = 0,35; Rf 3 = 0,25.

(Eingegangen am 11. August 1976)

---

3 W. Seidenfaden und D. Pawellek, Methoden der organischen Chemie (Houben-Weyl), 10/1, 821, Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1971.