

83. H. Limpricht: Mittheilungen aus dem Laboratorium zu Greifswald.

(Eingegangen am 8. März; verl. in der Sitzung von Hrn. Oppenheim.)

In der Absicht die Dinitrosulfobenzolsäure darzustellen kochte v. Homeyer anhaltend Nitrobenzolsäure mit dem halben Volum concentrirter Schwefelsäure und dem dreifachen Volum Salpetersäure von 1.5 spec. Gew. Das Produkt war jedoch nicht die erwartete Säure, sondern Dinitrodisulfobenzolsäure. Die aus dem Bleisalz abgeschiedene Säure erstarrt beim Stehen über Schwefelsäure zu einer krystallinischen, sehr bitter schmeckenden Masse. Die Salze sind leicht löslich und nicht gerade durch Neigung zur Krystallisation ausgezeichnet. Untersucht wurden:

Kaliumsalz $C_6H_2(NO_2)_2(SO_3K)_2, H_2O$, weisse Nadeln;

Natriumsalz $C_6H_2(NO_2)_2(SO_3Na)_2, 3H_2O$, lange Nadeln;

Bariumsalz $C_6H_2(NO_2)_2(SO_3)_2Ba, 2H_2O$ feine, zu Büscheln vereinigte Nadeln;

Kaliumsalz $C_6H_2(NO_2)_2(SO_3)_2Ca, H_2O$, sternförmig gruppirte Prismen;

Bleisalz $C_6H_2(NO_2)_2(SO_3)_2Pb, 3H_2O$, Krystallkrusten;

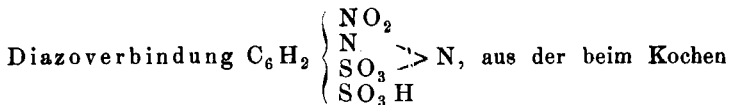
Kupfersalz $C_6H_2(NO_2)_2(SO_3)_3Cu, 3H_2O$, sternförmig gruppirte, mikroskopische Krystalle.

Das Chlorür $C_6H_2(NO_2)_2(SO_2Cl)_2$ krystallisirt in schiefen, vierseitigen Tafeln, das Amid in langen Nadeln; beide zersetzen sich beim Erhitzen ohne vorher zu schmelzen.

Von Schwefelammonium wird die Säure zu Nitramidodisulfobenzolsäure reducirt, die eine sehr leicht zerfliessliche Masse ist und sehr schwierig krystallisirende, zerfliessliche Salze bildet.

Das Bariumsalz $C_6H_2NO_2NH_2(SO_3)_2Ba, 2H_2O$ wird aus wässriger Lösung durch absoluten Alkohol krystallinisch gefällt.

Diese Amidosäure in absolutem Alkohol mit salpetriger Säure behandelt liefert die in rothen Flocken sich abscheidende



mit absolutem Alkohol die nicht krystallisirende Nitrodisulfobenzolsäure entsteht; jhr

Bleisalz $C_6H_3NO_2(SO_3)_2Pb, H_2O$ schießt in gelben, büschelförmig vereinigten Nadeln an.

Beim Kochen mit Wasser geht die Diazoverbindung über in die Nitrodisulfophenolsäure, in sehr leicht löslichen, mikroskopischen Nadeln krystallisirend, deren

Bariumsalz $C_6H_2NO_2OH(SO_3)_2Ba, 2H_2O$ aus wässriger Lösung durch Alkohol krystallinisch gefällt wird.

Bromwasserstoffsäure endlich verwandelt die Diazoverbindung in Nitrobromdisulfobenzolsäure $C_6H_2NO_2Br(SO_3H)_2, H_2O$ (in Wasser und Weingeist leicht lösliche, rhombische Tafeln), welche mit Ammonium, Barium und Blei nicht krystallisirende Salze bildet.

Die Dinitrodisulfobenzolsäure wird von Zinn und Salzsäure zu

Diamidodisulfobenzolsäure $C_6H_2(NH_2)_2(SO_3H)_2, H_2O$ reducirt, in leicht löslichen Quadratoctaëdern krystallisirend, von deren Salzen nur das

Zinnsalz $C_6H_2(NH_2)_2(SO_3)_2 Sn, H_2O$, in Krystallen — weisse Nadeln — gewonnen werden konnte. Bei der Destillation mit Natronkalk geht Phenylendiamin (Schmelzp. 60^0) über.

Mit salpetriger Säure zersetzt sich die in absolutem Alkohol suspendirte Diamidosäure unter Bildung einer

Azoverbindung $C_6H_2 \left\{ \begin{array}{l} N_2 \\ (SO_3)_2 \end{array} \right\} \rightarrow N_2$ — gelbliches, krystallinisches Pulver — aus welcher beim Kochen unter verstärktem Druck mit absolutem Alkohol die

Disulfobenzolsäure entsteht. Die Säure selbst ist ein allmählig krystallinisch erstarrender Syrup, das Bariumsalz trocknet zu einer glasigen Masse ein, das

Bleisalz $C_6H_4(SO_3)_2 Pb, H_2O$ krystallisirt in quadratischen Prismen.

Beim Kochen mit Wasser liefert die Azoverbindung die

Dihydroxyldisulfobenzolsäure, leicht lösliche, lange, vierseitige Nadeln, deren

Bariumsalz $C_6H_2(OH)_2(SO_3)_2 Ba, 2H_2O$ aus wässriger Lösung durch Weingeist krystallinisch gefällt wird. Mit Bromwasserstoffsäure wird aus der Azoverbindung die

Dibromdisulfobenzolsäure $C_6H_2Br_2(SO_3H)_2$ erhalten, die sehr zerfliesslich ist und von welcher keine Salze krystallisirt erhalten werden konnten.

Greifswald, den 7. März 1875.