

48. J. Piccaru und A. Humbert: Ueber eine Resorcintrisulfosäure.

(Eingegangen am 1. Februar.)

Wenn man die feste krystallisirte Resorcindisulfosäure, über welche wir früher berichtet haben (diese Ber. IX, S. 1479), in zugeschmolzener Glasröhre mit rauchender Schwefelsäure einige Stunden über 200° erhitzt, so löst sie sich auf, und scheidet sich beim Erkalten nicht mehr wieder aus, sie hat sich in eine Trisulfosäure verwandelt, die höchste wie es scheint, welche sich direct zu bilden im Stande ist.

Zur Isolirung derselben darf ebensowenig und noch weniger als bei der Vorigen, Bariumcarbonat angewandt werden, weil ihr Barytsalz nicht nur in Wasser, sondern sogar in Salzsäure fast ebenso unlöslich ist, als Bariumsulfat. Wollte man Kreide oder Bleiweiss nehmen, jedoch die Reaction sauer lassen, so würde unser Körper wahrscheinlich in Lösung bleiben, mit ihm aber auch etwaige unangegriffen gebliebene Disulfosäure, so dass man für völlige Abwesenheit dieser Verbindung keine sichere Garantie hätte. Nimmt man endlich Kalkmilch, so ist letzterer Zweck zwar erreicht, indem die Trisulfosäure ein ganz unlösliches basisches Salz bildet, aber eben aus diesem Grunde bleibt es beim Gyps zurück.

Der Sicherheit wegen schlugen wir diesen letzteren ungewöhnlichen Weg ein, und suchten die neue Verbindung nicht im Filtrat, sondern im Pressrückstand auf. Zu diesem Behufe wurde der zertheilte Kuchen mit Salzsäure ausgekocht, vom übrig bleibenden Gyps abgessen, und zur Entfernung aller Sulfate mit einem grossen Ueberschuss Chlorbarium ausgefällt. Das starksaure Filtrat, in welchem das trifulsosaure Barium eine Zeit lang in Lösung bleibt, (ist es einmal krystallinisch ausgeschieden oder gar getrocknet, so löst es sich in Salzsäure nicht mehr wieder auf) wurde mit so viel Ammoniak versetzt, dass bei saurer Reaction ein partieller Niederschlag entsteht (darin Farbstoffe, Eisenoxyd, Thonerde des angewandten Kalkes) und nun rasch filtrirt. Nach wenigen Stunden beginnt inmitten der klaren sauren Flüssigkeit eine blendend weisse, krystallinische Ausscheidung, welche sich während 2 bis 3 Tagen fortwährend vermehrt, indem sie wie Reif auf den Boden des Gefässes niederfällt. Beim Erwärmen der Flüssigkeit scheidet sich noch eine neue, jedoch weniger reine Portion ab.

Das schneeweisse, sandige, aus mikroskopischen Krystallen bestehende Pulver wurde zur Vorsicht noch mit verdünnter Salzsäure erwärmt, mit Wasser ausgewaschen und nach einigem Stehen auf dem Wasserbad in etwas mehr als luftrocknem Zustande analysirt:

	Berechnet.	Gefunden.
C ₆	12.33	12.95
H ₃	0.51	—
O ₁₁	30.14	—
S ₃	16.44	16.39
Ba 1.5	35.19	35.20
aq. 1.75'	5.39	—

Zwar scheint obige für C gefundene Zahl etwas zu hoch, aber ein blinder Versuch mit demselben chromsauren Blei, das hier zur Verbrennung verwendet wurde, hatte einen annähernd gleichen Ueberschuss ergeben. Man hat es hier somit mit einem vollkommen characterisirten neutralen resorcintrisulfosaurem Barium zu thun:



Die freie Säure, welchem sich aus diesem Salz durch Digestion mit Schwefelsäure, oder aus dem weiter unten zu beschreibenden Bleisalz mit Schwefelwasserstoff erhalten lässt, scheint zu löslich zu sein, um leicht zu krystallisiren. Wichtiger ist die Kenntniss ihrer übrigen Verbindungen, zu welchen man auf folgende Weise gelangen kann.

Das leicht lösliche Ammoniumsalz entsteht durch Digestion des Bariumsalzes mit Ammoniumcarbonat bei 100° in zugeschmolzener Röhre. Bei wiederholtem Eindampfen der so erhaltenen Lösung scheint das zuerst entstandene basische Salz etwas Ammoniak zu verlieren und sich in das neutrale zu verwandeln.

Mit Eisenchlorid gibt es eine intensiv rothviolette, sehr beständige Färbung.

Mit Chlorbarium gibt es, in der Kälte zuweilen erst nach einiger Zeit, aber sogleich beim Erwärmen, auch bei Gegenwart von freier Essigsäure einen krystallinischen Niederschlag des oben beschriebenen Bariumsalzes, welches sich — wenn es einmal ausgeschieden ist — in Salzsäure nicht mehr vollständig wieder auflösen lässt.

Das Bleisalz entsteht in derselben Weise, in Form von schweren, mit blossen Augen sichtbare Kryställchen, welche aber in Essigsäure wieder löslich sind.

Das Calciumsalz, ebenfalls krystallinisch und in Essigsäure löslich, scheidet sich nur ans schwach alkalischer Lösung ab.

Die Löslichkeit beider letzten Salze liesse sich vielleicht zu einer zweckmässigen Abkürzung des Gewinnungsverfahrens verwenden, wenn man von der Möglichkeit einer Verunreinigung mit Disulfosäure absehen wollte.

Basel, Universitätslaboratorium, Januar 1877