

495. Lancelot W. Andrews: Ueber Bromorthonitroparabenzolsulfosäure.

[Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Bonn.]

(Eingegangen am 18. November; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Auf Veranlassung des Hrn. Prof. Jul. Post habe ich die schon früher von ihm und Augustin<sup>1)</sup> erörterte Frage, betreffs der Stellung, welche die Sulfogruppe im Benzolkern bei der Einwirkung von Schwefelsäure auf Orthobromnitrobenzol und auf Orthobromanilin einnimmt, von neuem einer Untersuchung unterworfen und erledigt.

Der leichteren Uebersicht wegen bezeichne ich die Amidosäure, die direkt aus Orthobromanilin dargestellt ist, als  $\beta$ -, diejenige aus Orthobromnitrobenzol durch Reduktion nach der Sulfurirung als  $\alpha$ -, und die Säure, welche durch Reduktion der in obiger Abhandlung erwähnten Goslich'schen Säure erhalten wird, als  $\gamma$ -Säure.

Die Reduktion der Nitrosäure geschah nach der ausgezeichneten Methode von Claisen<sup>2)</sup> mittelst Eisenoxydulhydrats. Die heisse Lösung des Baryumsalzes (20 Th.) der Bromnitrobenzolsulfosäure und des Eisenvitriols (100 Th.) wurde mit einer heissen Lösung von Baryumhydroxyd (115 Th.) versetzt, rasch filtrirt und im Vacuum eingengt. Das Baryumsalz ist schon nach einmaliger Umkrystallisation rein. Durch Reduktion mit Zinn und Salzsäure gelingt es kaum ein reines Produkt zu gewinnen. Auch hat Goslich<sup>3)</sup> kein reines Produkt unter den Händen gehabt, wie aus seiner Beschreibung und der Thatsache, dass seine Analyse mehr wie ein Procent zu viel Baryum ergab, ersichtlich ist. Die  $\beta$ -Säure wurde nach Augustin's<sup>4)</sup> Vorschrift dargestellt.

Es konnte kein Unterschied zwischen den drei Säuren oder ihren Salzen wahrgenommen werden.

Bromorthoamidoparabenzolsulfosäure,  $C_6H_3Br \cdot N^1H_2 \cdot SO_2^4H$ , wird aus dem Bleisalz mittelst Schwefelwasserstoff dargestellt. Sie bildet kurze, glänzende, vierseitige, farblose (oder auch rosa gefärbte) Prismen, die bei  $170^0$  unverändert bleiben. (Nach Goslich soll sie mit  $1\frac{1}{2}$  Mol.  $H_2O$  krystallisiren.) Sie ist beständiger wie ihre Salze und besitzt grösseres Krystallisationsvermögen. Die Analyse bezeugt die Reinheit der Präparate dieser Säure.

<sup>1)</sup> Diese Berichte XII, 1559.

<sup>2)</sup> Diese Berichte XII, 1946.

<sup>3)</sup> Ann. Chem. Pharm. 180, 101.

<sup>4)</sup> Inaug.-Diss. Göttingen, 1875, 29.

	Berechnet	Gefunden	
C	28.57 pCt.	28.45 pCt.	( $\gamma$ -Säure)
S	12.70 -	12.56 -	( $\beta$ -Säure)
N	5.56 -	5.64 -	( $\alpha$ -Säure)
H	2.38 -	2.43 -	( $\gamma$ -Säure)
Br	31.74 -	31.51 -	( $\beta$ -Säure)
O	19.05 -	—	
H <sub>2</sub> O	—	0.40 -	( $\gamma$ -Säure).

100 Theile Lösung bei 21° enthält 2.55 Theile  $\beta$ -Säure,  
 - - - - 17° - 2.61 -  $\alpha$ -Säure,  
 - - - - 22° - 2.54 -  $\gamma$ -Säure.

Baryumsalz,  $(C_6H_3Br.NH_2.SO_3)_2Ba + 3H_2O$ . (Farblose oder weisse Warzen oder derbe Nadeln, die leicht bräunlich werden.)

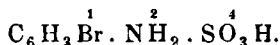
	Berechnet	Gefunden	
H <sub>2</sub> O	7.79 pCt.	7.65 pCt.	( $\gamma$ -Säure)
H <sub>2</sub> O	7.79 -	7.49 -	( $\beta$ -Säure)
Ba	21.44 -	21.41 -	( $\gamma$ -Säure).

100 Theile Lösung enthalten bei 17—18° 6.12 Theile trocknes Salz ( $\gamma$ )  
 - - - - 17° 5.86 - - - ( $\beta$ ).

Kaliumsalz,  $C_6H_3Br.NH_2.SO_3K + H_2O$ , bildet gebliche sechsseitige Nadeln.

	Berechnet	Gefunden	
H <sub>2</sub> O	5.84 pCt.	5.76 pCt.	( $\alpha$ )
N	4.55 -	4.71 -	( $\alpha$ )
H <sub>2</sub> O	5.84 -	5.98 -	( $\beta$ ).

In Betracht der vollkommenen Uebereinstimmung zwischen den  $\alpha$ -,  $\beta$ - und  $\gamma$ -Verbindungen in allen untersuchten Eigenschaften, nämlich Aussehen, Krystallwassergehalt und Löslichkeit ist es nicht zu bezweifeln, dass die  $\alpha$ -,  $\beta$ - und  $\gamma$ -Säuren identisch sind; sie besitzen also die Formel:



Bonn, 13. November 1880.

#### 496. Lancelot W. Andrews: Zur Kenntniss der Bromorthonitrobenzolsulfosäuren.

[Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Bonn.]

(Eingegangen am 18. November; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Post und Augustin<sup>1)</sup> haben eine Bromorthonitrobenzolsulfosäure aus Bromorthonitrobenzol und rauchender Schwefelsäure darge-

<sup>1)</sup> Diese Berichte VIII, 1559.