

248. Ch. de la Harpe und Frédéric Reverdin:
Ueber das Nitrosonitroresorcin.

(Eingegangen am 7. April.)

Trägt man allmählich ein kaltes Gemisch von 1 Mol. Nitroresorcin, Schmp. 85° (flüchtiges Nitroresorcin von Weselsky und Benedikt¹⁾), 1 Mol. 10 procentiger Natronlauge und 1 Mol. Natriumnitrit, in Wasser gelöst, in einen Ueberschuss kalter, verdünnter Schwefelsäure ein, so bildet sich alsbald ein Niederschlag gelber Flocken, aus dem Mononitrosoderivat des Nitroresorcins, $C_6H_2NONO_2(OH)_2$, bestehend. Man filtrirt, wäscht mit wenig Wasser, trocknet den Niederschlag über Schwefelsäure und entfernt schliesslich die letzten Spuren unangegriffenen Nitroresorcins durch Waschen mit Aether.

Das so erhaltene Nitrosonitroresorcin ist leicht löslich in Wasser, Säuren und Alkalien, schwieriger löslich in Alkohol, aus welchem es in Nadeln krystallisirt, unlöslich in Aether, Benzol und Chloroform. Salzwasser lässt aus der wässrigen Lösung nach einiger Zeit den Körper in hübschen bräunlichen Nadeln absetzen. Er erleidet eine Temperatur von 200° ohne zu schmelzen oder sich zu zersetzen, oberhalb dieser Grenze verpufft der Körper mit Heftigkeit.

Die Reduction vermitteltst Zinn und Salzsäure lieferte uns ein Diamidoresorcin, welches identisch ist mit dem Reductionsproducte des Dinitroresorcins²⁾, und erlaubte uns in Folge dessen den Körper mit Sicherheit zu charakterisiren. Nach der Fitz'schen Methode bereitetes Diamidoresorcinsulfat ergab bei der Analyse folgende Resultate:

	Gefunden	Berechnet für $C_6H_2(NH_2)_2(OH)_2 H_2SO_4 1\frac{1}{2} aq$
H ₂ O	10.38	10.20 pCt.
S	13.09	12.10 »

Der beobachtete, zu hohe Schwefelgehalt lässt uns vermuthen, dass das Diamidoresorcin die Neigung hat, ein saures Sulfat zu bilden. Ein ähnliches Verhalten bemerkten nämlich einer von uns und B. Dietsch an Metaphenyldiaminsalzen; wir beabsichtigen übrigens, die Sache näher zu prüfen.

Das Reductionsproduct unseres Nitrosonitroresorcins zeigt übrigens alle charakteristischen Eigenschaften des Diamidoresorcins.

Die wässrige Lösung des Nitrosonitroresorcins giebt mit Ferrosulfat eine intensiv grüne Färbung, ähnlich derjenigen, welche von Fèvre³⁾ für das Mononitrosoresorcin angegeben wurde. Der so ge-

¹⁾ Monatsh. für Chem. 1, 887.

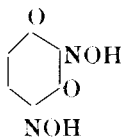
²⁾ A. Fitz, diese Berichte VIII, 631.

³⁾ A. Fèvre, Bull. soc. chim. 39, 585.

bildete Farbstoff kann mit Kochsalz ausgefällt werden und färbt Wolle in saurem Bade sehr lichtecht grün; Eisenfeilspähne rufen dasselbe Grün hervor. Dieser Farbstoff ist nicht demjenigen analog, welcher sich bildet, wenn man mit Eisenmordant gebeizte Fasern mit Dinitrosoresorcin anfärbt; dieser letztere Farbstoff ist nichts anderes als das in Wasser unlösliche Eisensalz des Dinitrosoresorcins. Nitrosonitrosoresorcin färbt die mit Eisenbeize präparierten Gewebe nicht unter denselben Bedingungen.

Ein Gemisch von Nitrosonitrosoresorcin mit Resorcin giebt mit concentrirter Schwefelsäure eine intensiv grüne Färbung, welche allmählich durch Blau in Schmutzviolett übergeht; Wasser fällt aus dieser Lösung braune Flocken, welche sich in Alkalien mit grünbrauner Farbe lösen, während das Mononitrosoresorcin unter denselben Bedingungen das in Wasser mit zinnberrother Fluorescenz lösliche Diazoresorufin liefert.

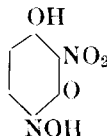
Da nach einer unlängst erschienenen Arbeit von v. Kostanecki¹⁾ das Dinitrosoresorcin die Constitutionsformel:



besitzt, so muss das Nitrosonitrosoresorcin, vom Nitrosoresorcin



(Schmp. 85°) abstammend, durch folgendes Schema erläutert werden:

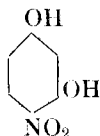


Eine neue Stütze für die Formel Kostanecki's ist der Umstand, dass, wenn man beim Nitrosiren des Nitrosoresorcins 2 Mol. Natriumnitrit anwendet, doch nur ein Mononitroso- und kein Dinitrosoderivat entsteht.

Endlich heben wir noch hervor, dass unter denselben Bedingungen das nicht flüchtige Nitrosoresorcin, Schmp. 115°, welches wir der Güte

¹⁾ St. v. Kostanecki, diese Berichte XX, 3133.

Benedikt's verdanken. kein Nitrosoderivat liefert. Da vorliegendes Nitroresorcin die Constitution:



hat, so sollte sowohl nach der Goldschmidt-Strauss'schen als nach der Kostanecki'schen Dinitrosoresorcinformel ein Nitrosonitroresorcin entstehen, welches mit dem oben beschriebenen isomer wäre. Vielleicht erhält man diese Nitrosoverbindung, wenn man unter anderen Bedingungen arbeitet; jedenfalls scheint uns der Unterschied, welchen die beiden Nitroresorcine dem Natriumnitrit gegenüber zeigen, erwähnenswerth.

Genf, den 4. April 1888.

249. Th. Weyl: Zur Kenntniss der Seide. I.

(Eingegangen am 7. April.)

Mulder¹⁾ fand, dass Seide durch rauchende Salzsäure in der Kälte gelöst wird, und Müller²⁾ empfahl diese Lösung, um mittelst derselben hindurchgezogener Baumwolle Seidenappret zu verleihen. Hr. Prof. Liebermann machte mich auf diese Beobachtung Mulder's aufmerksam und schlug mir vor zu untersuchen, ob in der salzsauren Lösung noch unveränderte Seide enthalten sei.

Die folgende Mittheilung wird zeigen, dass sich aus dieser salzsauren Lösung durch geeignete Behandlung ein Körper von constanter Zusammensetzung isoliren lässt, welcher den Charakter einer einheitlichen chemischen Verbindung besitzt, der Seide noch sehr nahe steht und wie diese zu den Albuminoiden (Proteïden) gehört.

Zu seiner Darstellung verfährt man folgendermaassen:

Weisse, bereits technisch degommirte Seide wird zuerst nach dem Verfahren von Staedler³⁾ durch Digestion mit kalter 5 pCt. Natronlauge, Auspressen, Waschen mit 5 pCt. Salzsäure und erneutes Waschen mit Wasser gereinigt.

¹⁾ Berzelius' Jahresber. XVII, 381.

²⁾ Deutsche Industriezeitung 1873, S. 9.

³⁾ Ann. Chem. Pharm. 111, 12. Beim Degommiren nach Staedler verloren in einem Versuche 20 g Seide 5.4 g = 27 pCt.