

der Identität der durch Reduktion erhaltenen Amidokresolsulfosäuren festgestellt.

Um die *o*-Amido-*o*-kresol-*p*-sulfosäure darzustellen, wird die Nitrokresolsulfosäure (1 Teil) mit 4 Teilen Zinnchlorür und 10 Teilen konzentrierter Salzsäure reduziert. Nach dem Erkalten scheidet sich die Amidokresolsulfosäure in weißen, stark glänzenden Nadeln aus. Sie enthält $\frac{1}{2}$ Mol. Wasser.

0.2246 g Sbst.: 0.3271 g CO₂, 0.0992 g H₂O. — 0.2647 g Sbst.: 0.2854 g BaSO₄. — 0.1868 g Sbst.: 10.3 ccm N (13.5°, 716 mm).

C₆H₂(CH₃)(OH)(NH₂).SO₃H + $\frac{1}{2}$ H₂O.

Ber. C 39.62, H 4.71, S 15.09, N 6.60.

Gef. » 39.72, » 4.91, » 14.81, » 6.12.

Mit Eisenchlorid gibt die Säure eine tiefrote Färbung.

Bei der Ausführung der obigen Arbeit wurde ich von Herrn W. Heilbronner in dankenswerter Weise unterstützt.

München, Chemisch-technisches Laboratorium der Technischen Hochschule, den 19. August 1907.

616. G. Schultz: Über Amido-phenol-sulfosäuren und Amido-kresol-sulfosäuren.

(Eingegangen am 1. Oktober 1907.)

III. *o*-Nitro-*m*-kresol-*p*-sulfosäure und *o*-Amido-*m*-kresol-*p*-sulfosäure,



Die im nachstehenden beschriebene *o*-Nitro-*m*-kresol-*p*-sulfosäure wurde durch Sulfuration von *o*-Nitro-*m*-kresol erhalten. Sie ist identisch mit derjenigen Säure, welche durch Nitrieren von *m*-Kresol-*o*-sulfosäure entsteht.

Zur Darstellung des *o*-Nitro-*m*-kresols wurde *m*-Kresol (200 g) in Benzol (400 g) gelöst und unter gutem Rühren mit verdünnter Salpetersäure (600 g) von 25° Bé. nitriert. Die dabei gebildeten isomeren Mononitrokörper wurden nach Abtreiben des Benzols mit Wasserdampf getrennt, wobei das bei 56° schmelzende *o*-Nitro-*m*-kresol überging, während das bei 129° schmelzende *p*-Nitro-*m*-kresol zurückblieb. Die Ausbeute betrug aus 200 g *m*-Kresol 54.5 g rohes *o*-Nitro-*m*-kresol und 130 g rohes *p*-Nitro-*m*-kresol.

Zur Überführung in die Sulfosäure wurden je 50 g *o*-Nitro-*m*-kresol mit 200 g konzentrierter Schwefelsäure bei 70° auf dem Wasserbade erwärmt. Nach 4—6 Stunden wurde das Reaktionsprodukt ausgegossen und längere Zeit sich selbst überlassen oder mit etwas Wasser versetzt, wobei es nach einiger Zeit zu einem Krystallbrei erstarrte. Letzterer wurde auf einem porösen Tonteller von der Mutterlauge befreit und durch Umkrystallisieren aus Essigäther oder einem Gemenge von Aceton und Chloroform gereinigt. Dabei wurde eine Säure in gut ausgebildeten Krystallen (Nadeln) erhalten.

Das neutrale Natriumsalz der Säure $C_6H_3(CH_3)(ONa)(NO_2).SO_3Na$ krystallisiert mit 3 H₂O in großen, orangegelben Prismen, welche nach Mitteilungen von Prof. v. Groth dieselbe Krystallform besitzen, wie das neutrale Natriumsalz der durch Nitrieren von *m*-Kresolsulfosäure hergestellten Nitrokresolsulfosäure.

0.1928 g lufttr. Sbst. verloren bei 110° 0.0324 g H₂O = 16.80% H₂O. (Ber. für 3 H₂O = 16.31 H₂O.)

Im Exsiccator verliert die lufttrocken 3 H₂O enthaltende Säure über Schwefelsäure 2½ H₂O.

0.346 g Sbst. (im Exsiccator getrocknet) verlor beim Erhitzen auf 110° 0.0106 g H₂O = 3.06 H₂O. (Ber. für ½ H₂O = 3.14 H₂O.)

0.1746 g lufttr. Sbst.: 0.1631 g CO₂, 0.0509 g H₂O. — 0.3072 g lufttr. Sbst.: 11 ccm N (16°, 724 mm). — 0.4177 g lufttr. Sbst.: 15.8 ccm N (16°, 722 mm). — 0.1019 g lufttr. Sbst.: 0.0716 g BaSO₄.

Ber. C 25.37, H 3.32, N 4.22, S 9.66.

Gef. > 25.47, > 3.24, > 3.96, 4.17, > 9.64.

Die *o*-Nitro-*m*-kresolsulfosäure wird durch Reduktion mit Salzsäure und Zinnchlorür in die *o*-Amido-*m*-kresol-*p*-sulfosäure übergeführt, welche beim Erkalten der Lösung sich in schönen Krystallen abscheidet. Von dem hartnäckig anhaftenden Zinn wird sie durch Auflösen in Soda und Ausfällen mit Essigsäure gereinigt.

Die *o*-Amido-*m*-kresolsulfosäure ist sehr schwer in Wasser und den sonst üblichen Lösungsmitteln löslich.

0.4757 g Sbst.: 0.7244 g CO₂, 0.2126 g H₂O. — 0.1594 g Sbst.: 0.2427 g CO₂, 0.0702 g H₂O. — 0.1996 g Sbst.: 13 ccm N (16°, 707 mm). — 0.1519 g Sbst.: 9.6 ccm N (15°, 717 mm). — 0.1724 g Sbst.: 0.2004 g BaSO₄.

$C_7H_7SO_4N = C_6H_3(CH_3)(OH)(NH_2)(SO_3H)$.

Ber. C 41.38, H 4.43, N 6.89, S 15.76.

Gef. > 41.53, > 4.96, > 7.04, > 15.96.

• > 41.52, > 4.89, > 6.97.

Bei der Ausführung obiger Arbeit wurde ich von Hrn. K. Lehrburger unterstützt.

München, Chemisch-technisches Laboratorium der Technischen Hochschule, den 19. August 1907.