

Über einige Abkömmlinge der *s*-Disulfo- benzoësäure (1:3:5)

von

K. Hopfgartner.

Aus dem chemischen Laboratorium der k. k. Universität zu Innsbruck.

(Vorgelegt in der Sitzung am 12. October 1893.)

Von der von Barth und Senhofer¹ zuerst dargestellten und beschriebenen *s*-Disulfobenzoësäure $C_6H_3(CO_2H)(SO_3H)$. (SO_3H) (1:3:5) sind, wie es scheint, ausser den von den Entdeckern untersuchten Salzen keine weiteren Derivate bekannt geworden.

Die im Folgenden beschriebenen Versuche hatten den Zweck, einige andere Abkömmlinge dieser Säure darzustellen.

Es war zu diesem Behufe nach der a. a. O. gegebenen Vorschrift eine grössere Menge des Kalisalzes der *s*-Disulfobenzoësäure dargestellt worden.

Ein Versuch zeigte, dass 0·893 g des bei 140° getrockneten Salzes 0·597 g K_2SO_4 lieferten.

Demnach:

	Gefunden	Berechnet für $C_7H_3O_8S_2K_3$
K.....	29·97 ⁰ / ₀	29·55 ⁰ / ₀

Eine Probe der Substanz wurde mit der dreifachen Menge von Ätzkali im Silbertiegel geschmolzen. Dem Schmelzproduct entzog Äther nach dem Versetzen mit überschüssiger verdünnter Schwefelsäure eine Substanz, die beim Verdunsten des Lösungsmittels in etwas gelblich gefärbten krystallinischen Krusten zurückblieb, und welche alle von Barth und Senhofer

¹ Ann. Chem. Pharm., 159, 217.

für ihre Dioxybenzoësäure angegebenen Reactionen zeigte. Ihre Lösung in Wasser war durch Bleizucker nicht fällbar; nach dem Zufügen von verdünnter Eisenchloridlösung entstand keine charakteristische Färbung; eine Probe der krystallisirten Säure löste sich in concentrirter Schwefelsäure beim Erwärmen mit tiefrother Farbe auf, und nach dem Erkalten und Verdünnen mit Wasser schieden sich gelbgrüne Flocken ab (Anthrachryson-reaction). Der Schmelzpunkt der erhaltenen Dioxybenzoësäure liegt bei 225°. Jedoch bräunt sich die Substanz schon vor der Verflüssigung. Eine Probe der Säure zeigte beim Trocknen bei 100° einen Gewichtsverlust von 14·9%, was mit der für ein Molekül Krystallwasser berechneten Zahl von 14·91% übereinstimmt.

Das in solcher Weise geprüfte Kalisalz diente als Ausgangsmaterial für die im Folgenden erwähnten Versuche.

Trichlorid der *s*-Disulfobenzoësäure $C_7H_3O_5S_2Cl_3$.

Gewogene Mengen des bei 140° getrockneten Kalisalzes wurden mit wenig mehr als dem unter Zugrundelegung der Gleichung



berechneten Gewichte von Phosphorpentachlorid durch Verreiben innig gemischt und in einer Retorte im Paraffinbade erhitzt. Bei einer Temperatur von etwa 100° zeigte das Zusammensinken und Feuchtwerden der bis dahin trockenen Mischung den Beginn der Einwirkung an. Dabei war immer zugleich eine mässige Salzsäureentwicklung zu beobachten. Durch langsame Steigerung der Temperatur, zuletzt bis ungefähr 150°, wurde das Phosphoroxychlorid möglichst entfernt und die erkaltete, wieder trocken gewordene Masse öfters mit reinem Benzol am Rückflusskühler ausgekocht. Die erste Extraction lieferte eine meist gelb, manchmal auch dunkler gefärbte Lösung, aus der sich beim Abkühlen mässig grosse (bis zu 0·5 *cm* Kantenlänge) farblose, stark lichtbrechende, ziemlich dicke, vierkantige und an den Enden schief abgeschnittene Prismen abschieden. Die späteren Auskochungen

gaben erst nach dem Abdestilliren eines Theiles des Benzols solche Krystalle.

Die Ausbeute an krystallisirter Substanz war jedoch nach diesem Verfahren nicht befriedigend (etwa 25—30% der theoretischen Menge). Günstigere Erfolge (50—55% der Theorie) wurden durch Einschliessen der Mischung von Kalisalz und Phosphorpentachlorid in Glasröhren und Erhitzen derselben in einem Bade von Amylalkohol erzielt. Beim Öffnen der erkalteten Röhre zeigte sich ein mässiger Druck, hauptsächlich herrührend von Salzsäuregas. Die mit Phosphoroxychlorid durchtränkte Masse wurde durch Erhitzen bis 120° und gleichzeitiges Durchsaugen eines trockenen Luftstromes davon befreit. Die weitere Behandlung war dann dieselbe wie früher.

Die aus dem Benzol sich abscheidenden Krystalle sind das Trichlorid der *s*-Disulfobenzoësäure, wie die Analysen beweisen.

Zu den weiteren Untersuchungen wurde ein durch zweimaliges Umkrystallisiren aus Benzol gereinigter Theil des erhaltenen Productes verwendet.

1. 0·358 g der 24 Stunden lang im Vacuum getrockneten Substanz ergaben nach ihrer Verbrennung 0·327 g CO₂ und 0·034 g H₂O.
2. 0·353 g des trockenen Körpers lieferten 0·4952 g BaSO₄.
3. 0·287 g der trockenen Substanz lieferten 0·3626 g AgCl.

Daraus ergibt sich:

Procente	Gefunden			Berechnet für C ₇ H ₃ S ₂ O ₅ Cl ₃
	1	2	3	
C	24·91	—	—	24·89%
H	1·06	—	—	0·89%
S	—	19·27	—	18·96%
Cl	—	—	31·26	31·56%

Dadurch ist die Formel C₇H₃S₂O₅Cl₃ für die trockene Substanz bestätigt.

Untersucht man aber die frischen Krystalle, wie sie aus dem Benzol anschiessen, so zeigt sich, dass sie noch ein Molekül Benzol gebunden enthalten, wenn auch nicht sehr fest. Das Trichlorid ist demnach einer von den jetzt schon ziemlich zahlreichen bekannten Körpern, die mit Benzol krystallisiren.

1. 0·708 g der frischen, noch unverändert aussehenden Krystalle wogen nach mehrstündigem Verweilen unter der Glocke der Luftpumpe bei Zimmertemperatur noch 0·577 g und nahmen dann nicht mehr an Gewicht ab.
2. 0·787 g wogen nach 18 stündigem Verweilen im luftleeren Raume constant 0·638 g.
3. 0·626 g der frisch krystallisirten Substanz lieferten beim Verbrennen 0·852 g CO₂ und 0·125 g H₂O.

Daher:

Gefunden				Berechnet für C ₇ H ₃ S ₂ O ₅ Cl ₃ +C ₆ H ₆
Procente	1	2	3	
Verlust beim Trocknen	18·50	18·93	—	18·77%
C	—	—	37·12	37·55%
H	—	—	2·22	2·17%

Es kommt also dem frisch krystallisirten Trichlorid die Formel C₇H₃S₂O₅Cl₃+C₆H₆ zu.

Der Schmelzpunkt der benzolfreien Substanz wurde beim langsamen Erwärmen im Wasserbade zwischen 86·5° und 87·0° (uncorr.) liegend gefunden.

Das Trichlorid ist leicht löslich in warmem Benzol, weniger leicht in kaltem, löslich in vollkommen trockenem Äther, in Schwefelkohlenstoff und in Chloroform; unlöslich in Petroleumäther und in kaltem Wasser. Bei Behandlung mit heissem Wasser (wie auch bei längerer Einwirkung von kaltem) wird es zersetzt.

Die Rückstände, die nach der Extraction des Trichlorides aus dem Reactionsproduct noch übrig geblieben waren, lösten

sich in kaltem Wasser langsam, aber vollständig auf. Aus der mässig eingedampften Lösung schieden sich wohlausgebildete, gelblich gefärbte, etwas flachgedrückte Prismen ab, die nach mehrmaligem Umkrystallisiren chlorfrei waren. Beim langsamen Verdunsten der wässerigen Lösung erreichten die Krystalle eine Länge bis zu 4 *cm*.

Diese Substanz ist das einfach saure Kalisalz der *s*-Disulfobenzoësäure mit drei Molekülen Krystallwasser $C_7H_4O_8S_2K_2 + 3H_2O$.

1. 1·3834 *g* der lufttrockenen Substanz gaben nach vier Stunden lang fortgesetztem Erhitzen auf 100° einen Rückstand von 1·2015 *g* Gewicht, der auch beim Trocknen bei 140° keine Abnahme mehr zeigte.
2. 1·167 *g* der bei 140° getrockneten Substanz lieferten 0·5675 *g* K_2SO_4 .
3. 0·586 *g* der bei 120° getrockneten Krystalle ergaben 0·7756 *g* $BaSO_4$.
4. 0·509 *g* der trockenen Substanz lieferten bei der Verbrennung 0·433 *g* CO_2 und 0·075 *g* H_2O .

Procente	Gefunden				Berechnet für $C_7H_4S_2O_8K_2$	Berechnet für $C_7H_4S_2O_8K_2 + 3H_2O$
	1	2	3	4		
H ₂ O	13·15	—	—	—	—	13·11%
C	—	—	—	23·20	23·46%	—
H	—	—	—	1·64	1·12%	—
S	—	—	18·18	—	17·88%	—
K	—	21·80	—	—	21·79%	—

Offenbar steht die Bildung dieses Salzes mit der so weit hinter der berechneten Menge zurückbleibenden Ausbeute an Trichlorid in engem Zusammenhange. Allein selbst bei Anwendung eines erheblichen Überschusses von Phosphorpentachlorid gelang es nicht, das Auftreten dieses Nebenproductes zu vermeiden.

Die bedeutende Krystallisationsfähigkeit des sauren Kalisalzes der *s*-Disulfobenzoësäure dürfte dasselbe geeignet machen zur Reindarstellung des neutralen Salzes.

Dichlorid der *s*-Disulfobenzoësäure $C_7H_4O_6S_2Cl_2$.

Durch Trocknen vom Benzol befreites, etwas zerriebenes Trichlorid blieb, mit destillirtem Wasser von Zimmertemperatur übergossen, mehrere (8—10) Tage stehen. Das Pulver schien äusserlich unverändert, aber das Wasser enthielt jetzt reichlich Salzsäure, während in den ersten Minuten keine nachzuweisen war.

Die saure Flüssigkeit wurde abfiltrirt und der Rückstand ausgewaschen, bis die Chlorreaction im Filtrat nur noch schwach war. Das feuchte Pulver wurde dann auf Filtrirpapier ausgebreitet und bei Zimmertemperatur getrocknet. Es löste sich in siedendem Benzol auf, und beim Erkalten schied sich wieder ein weisses lockeres Pulver aus, das sich unter dem Mikroskope deutlich krystallinisch zeigte. Es war ein Dichlorid der *s*-Disulfobenzoësäure: $C_7H_4O_6S_2Cl_2$,¹ wie aus folgenden Daten ersichtlich ist:

1. 0·249 g der bei 100° getrockneten Substanz lieferten 0·2226 g AgCl.
2. 0·298 g des getrockneten Pulvers gaben bei der Verbrennung 0·290 g CO₂ und 0·047 g H₂O.
3. 0·223 g trockener Substanz lieferten 0·3246 g BaSO₄

Der Gewichtsverlust beim Trocknen war nur sehr gering und rührte offenbar bloss von Spuren von anhaftendem Benzol her.

¹ Ein ganz analoger Körper wird von Böttiger, Ann. Chem. Pharm., 191, 13 angeführt, nämlich das Monochlorid der Sulfoparabrombenzoësäure $C_7H_4BrO_4SCl$. Für dieses hat B. bewiesen, dass das Chloratom in Verbindung mit dem SO₂-rest ist, also: $C_7H_4BrO_2(SO_2Cl)$.

Es ergibt sich also:

Procente	Gefunden			Berechnet für $C_7H_4O_6S_2Cl_2$
	1	2	3	
C	—	26·54	—	26·33 ⁰ / ₀
H	—	1·75	—	1·25 ⁰ / ₀
Cl	22·12	—	—	22·26 ⁰ / ₀
S	—	—	19·99	20·06 ⁰ / ₀

Das Dichlorid ist löslich in Benzol, in Äther, Chloroform, Alkohol; nicht merklich löslich in Wasser. Indessen löst es sich sehr leicht in verdünnter Sodalösung unter Kohlensäureentwicklung, ebenso beim Schütteln mit Wasser und kohlen-saurem Baryt, ein Verhalten, das zu erwarten war, da ja ein Säurehydroxyl vorhanden sein muss. Das Dichlorid schmilzt bei 183° (uncorr.), jedoch lässt sich schon bei 180° ein Weichwerden beobachten.

Derselbe Körper bildet sich, wenn das Trichlorid mit gewöhnlichem (also etwas feuchtem) Äther am Rückflusskühler etwa eine halbe Stunde gekocht wird. In einem Falle wurde der beim Verdunsten des Äthers bleibende Rückstand aus Benzol umkrystallisirt und lieferte dann ein leichtes, weisses, krystallinisches Pulver, das einen Schmelzpunkt von 181° zeigte und beim Verbrennen folgende Resultate gab:

Aus 0·388 g der trockenen Substanz entstanden 0·369 g CO_2 und 0·057 g H_2O . Also:

	Gefunden	Berechnet für $C_7H_4O_6S_2Cl_2$
C	25·94	26·33
H	1·63	1·25,

womit die Identität dieses Productes mit dem nach dem ersten Verfahren dargestellten Dichlorid festgestellt ist.

Amid der *s*-Disulfobenzoësäure $C_7H_9O_5S_2N_3$.

Trichlorid wurde in Benzol gelöst und trockenes Ammoniakgas eingeleitet. Dabei schied sich bald ein weisses krystal-

linisches Pulver aus, so dass endlich die Masse breiartig wurde. Da ausserdem starke Erwärmung des Benzols zu beobachten war, so wurde die Reaction, um immer unter gleichen, fest bestimmten Verhältnissen zu arbeiten, auf dem Wasserbade am Rückflusskühler zu Ende geführt. Das Krystallmehl wurde ausgepresst und getrocknet, dann durch Waschen mit kaltem Wasser vom beigemischtem Chlorammonium befreit und das zurückbleibende leichte weisse Pulver aus kochendem Wasser umkrystallisirt. Beim Erkalten scheiden sich lange, dünne, glänzend weisse Nadeln aus, die unter dem Mikroskop den Eindruck vierseitiger Prismen machen.

Diese Krystalle sind das Triamid der *s*-Disulfobenzoësäure von der Formel $C_6H_3(CONH_2)(SO_2NH_2)_2$.

1. Aus 0·360 g der bei 100° getrockneten Substanz wurden bei der Verbrennung erhalten 0·397 g CO_2 und 0·105 g H_2O .
2. 0·292 g Substanz lieferten 0·4866 g $BaSO_4$.
3. 0·3335 g Substanz gaben soviel NH_3 , dass 35·17 cm^3 zehntelnormaler Oxalsäure dadurch neutralisirt wurden.

Daraus ergibt sich:

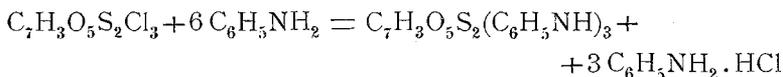
Procente	Gefunden			Berechnet für $C_7H_9O_5S_2N_3$
	1	2	3	
C	30·08	—	—	30·11%
H	3·24	—	—	3·22%
S	—	22·89	—	22·94%
N	—	—	14·76	15·05%

Das Amid ist unlöslich in Benzol, sehr schwer löslich in kaltem Wasser, mässig leicht in kochendem. Warme concentrirte Essigsäure löst es ebenfalls und lässt es beim Erkalten wieder unverändert auskrystallisiren.

Beim Erhitzen zersetzt sich das Amid, bevor es schmilzt. Bei 230° wurde das Auftreten von Ammoniakgas beobachtet, aber erst gegen 290° schmolz die inzwischen braun gewordene Substanz.

Trianilid der *s*-Disulfobenzoësäure $C_{25}H_{21}O_5S_2N_3$.

Eine gewogene Menge der Krystalle des Trichlorides wurde in Benzol gelöst und etwas mehr als die durch die Gleichung



geforderte Menge reinen Anilins zugesetzt. Es trat sofort eine Trübung ein, bedingt durch die Abscheidung eines krystallinischen, schwach gelblich gefärbten Pulvers. Beim Erwärmen auf dem Wasserbade bildete sich dann ein reichlicher Niederschlag. Das entstandene Product wurde abfiltrirt und durch Wasser das salzsaure Anilin entfernt. Die Ausbeute darf als sehr gut bezeichnet werden.

Zum Zwecke der Analyse wurde ein Theil der Substanz in warmem Eisessig gelöst und zuerst durch Erkaltenlassen des Lösungsmittels, dann aber rascher und vollständiger durch allmähliges Verdünnen mit Wasser zum Krystallisiren gebracht.

Das so erhaltene weisse, aus kleinen, aber doch mit freiem Auge deutlich sichtbaren Krystallen bestehende Pulver war, wie die Analysen beweisen, das Trianilid der *s*-Disulfobenzoësäure.

1. 0·252 g der durch Trocknen bei 100° von mechanisch anhaltender Feuchtigkeit befreiten Substanz lieferten bei der Verbrennung 0·545 g CO₂ und 0·094 g H₂O.
2. Aus 0·307 g der trockenen Krystalle wurden 0·2776 g BaSO₄ erhalten.
3. 0·342 g lieferten so viel NH₃, dass dadurch 21·00 cm³ zehntelnormaler Oxalsäure neutralisirt wurden. Also:

Procente	Gefunden			Berechnet für $C_{25}H_{21}O_5S_2N_3$
	1	2	3	
C	58·98	—	—	59·17%
H	4·14	—	—	4·14%
S	—	12·42	—	12·62%
N	—	—	8·60	8·28%

Das Anilid schmilzt unzersetzt bei 222° (uncorr.). Es ist ausser in Eisessig auch löslich in siedendem Äthyl-, sowie in Amylalkohol und in Äther; unlöslich dagegen selbst in kochendem Wasser, in Benzol, Schwefelkohlenstoff und in Petroleumäther.

Sulfooxybenzoësäure $C_7H_6O_6S$.

Barth und Senhofer haben die Beobachtung gemacht,¹ dass die Disulfobenzoësäure unter der Einwirkung von Ätzkali schon bei niedriger Temperatur, beim Kochen mit concentrirter Kalilauge einen Sulforest gegen Hydroxyl austauscht. Sie haben die Sache jedoch nicht weiter verfolgt, erwähnen aber die geringe Beständigkeit der so gebildeten Sulfooxybenzoësäure, die, wie aus dem Folgendem hervorgeht, selbst bei den Versuchen zur Darstellung mancher Salze zu Tage trat.

Zufriedenstellende Resultate wurden bei jener theilweisen Auslösung erzielt, wenn das fein zerriebene Kalisalz innig gemischt mit dem dreifachen Gewicht von Ätzkali in einem Ölbade unter Zusatz von so viel Wasser auf 160 — 165° erhitzt wurde, dass bei dieser Temperatur ein sehr dünnflüssiger Brei entstand. Nach einigen Stunden wurde das erkaltete Reactionproduct mit wenig mehr als der berechneten Menge verdünnter Schwefelsäure versetzt. So krystallisirt schon ein grosser Theil des Kalis als Sulfat aus. Zur übrigbleibenden Flüssigkeit wurde dann abermals so viel Schwefelsäure hinzugefügt, dass ein saures Kaliumsulfat entstehen musste, und hierauf zuerst durch Alkohol allein, endlich auch unter Zusatz von Äther der Rest des Kaliumsulfates entfernt. Die nach dem Verdunsten des Äthers zurückbleibende Flüssigkeit, die natürlich noch reichlich Schwefelsäure neben der erwarteten Säure enthielt, wurde durch Erwärmen mit kohlensaurem Blei unter gleichzeitigem Zufügen von Wasser neutralisirt. Aus dem Filtrat schied sich beim Erkalten ein schön krystallisirendes Bleisalz ab. Nachdem dieses noch fünf- bis sechsmal umkrystallisirt worden war, wurde daraus mit Schwefelwasserstoff eine wässerige Lösung der freien Säure dargestellt. Aus dieser bildeten sich nach

¹ Ann. Chem. Pharm., 164, 124.

längerem Stehen über Schwefelsäure weisse Krusten, die sich unter dem Mikroskope als aus kleinen dünnen Nadeln zusammengesetzt zeigten. Stellenweise traten auch mit freiem Auge sichtbare Krystalle auf.

Diese Krystalle sind die freie Sulfooxybenzoësäure, wie die damit ausgeführten Analysen zeigten.

Eine directe Bestimmung des Wassergehaltes der krystallisirten Säure schien nicht durchführbar, da schon beim Trocknen bei 100° theilweise Zersetzung eintrat, so dass dann die Substanz in Wasser nicht mehr vollständig löslich war. Der gelöste Antheil gab ausserdem auf Zusatz von Chlorbaryum eine geringe Trübung.

Indessen lieferten die Analysen den Beweis, dass nach wochenlangem Verweilen der Substanz unter der evacuirten Glocke der Luftpumpe neben Schwefelsäure noch ein Molekül Wasser in den Krystallen zurückgeblieben sei.

1. $0\cdot3015\text{ g}$ der Substanz gaben bei der Verbrennung $0\cdot398\text{ g}$ CO_2 und $0\cdot097\text{ g}$ H_2O .
2. $0\cdot428\text{ g}$ Substanz lieferten $0\cdot4282\text{ g}$ BaSO_4 .

Daraus folgt:

Procente	Gefunden		Berechnet für $\text{C}_7\text{H}_6\text{SO}_6 + \text{H}_2\text{O}$
	1	2	
C	36·00	—	35·59%
H	8·57	—	3·39%
S	—	13·73	13·56%

Die freie Säure ist hygroskopisch und zerfliesst an der Luft. In Alkohol und Äther ist sie leicht löslich; beide Lösungen reagiren stark sauer. Ihre wässrige Lösung zeigt mit Eisenchloridlösung eine geringe röthlichbraune Färbung, welche möglicherweise einer minimalen Verunreinigung mit isomeren Säuren (Kölle's¹ Sulfoparaoxybenzoësäure zeigt blutrothe,

¹ Ann. Chem. Pharm., 164, 150.

Senhöfer's¹ Sulfometaoxybenzoësäure (kirschrothe Färbung mit Eisenchlorid) ihre Entstehung verdankt.

Aus mässig verdünnter wässriger Lösung ist sie nicht durch essigsaures Blei, wohl aber durch Bleiessig fällbar. Dabei bildet sich ein amorpher, weisser, flockiger Niederschlag.

Die Säure zersetzt sich lange, bevor sie zum Schmelzen kommt; bei ungefähr 120° beginnt sie weich und zugleich etwas braun zu werden, ist jedoch sogar bei 180° noch nicht flüssig.

Bleisalz. Das zur Darstellung der freien Säure benützte Bleisalz hat die Formel $C_7H_4SO_6Pb + 3\frac{1}{2}H_2O$, wie folgende Daten zeigen:

- 0.365 g des lufttrockenen Bleisalzes wogen nach dem Trocknen bei 155—160° noch 0.317 g und nahmen dann nicht weiter an Gewicht ab.
- 0.270 g Substanz hatten nach dem Trocknen bei 155° noch ein Gewicht von 0.235 g.
- 0.326 g wogen getrocknet noch 0.284 g.

	Gefunden			Berechnet für $C_7H_4SO_6Pb + 3\frac{1}{2}H_2O$
	I	II	III	
H ₂ O	13.15%	12.96%	12.88%	12.96%

Ferner:

- 0.317 g trockenes Bleisalz lieferten beim Verbrennen 0.229 g CO₂ und 0.040 g H₂O.
- 0.237 g Substanz gaben 0.1336 g BaSO₄.
- Aus 0.284 g trockenen Salzes wurden 0.1616 g PbS erhalten.

Procente	Gefunden			Berechnet für $C_7H_4SO_6Pb$
	1	2	3	
C	19.70	—	—	19.86%
H	1.40	—	—	0.95%
S	—	7.74	—	7.57%
Pb	—	—	49.28	48.94%

¹ Ann. Chem. Pharm., 152, 102.

Das Bleisalz bildet haarfeine, weisse, seideglänzende, meist strahlenförmig von einem Punkte ausgehende, sehr lange (oft 1·5—2·0 *cm*), weiche Nadeln. Diese sind unlöslich in Alkohol und Äther, ziemlich schwer löslich in kaltem Wasser, bedeutend leichter in kochendem. Schon bevor sie schmelzen zersetzen sie sich unter Braunfärbung.

Kalisalz, $C_7H_4SO_6K_2 + 3H_2O$. Das Kalisalz wurde dargestellt durch Neutralisiren der freien Säure mit Ätzkali. Die ausgeführten Analysen lieferten folgende Daten:

- 0·259 *g* lufttrockenen Salzes hatten nach dreistündigem Trocknen bei 150° noch ein Gewicht von 0·219 *g* und verloren nichts mehr bei längerem Verweilen bei dieser Temperatur.
- 0·294 *g* Salz wogen nach dem Trocknen bei 150° noch 0·2485.

	Gefunden		Berechnet für $C_7H_4SO_6K_2 + 3H_2O$
	1	2	
H ₂ O	15·44 ⁰ / ₁₀₀	15·48 ⁰ / ₁₀₀	15·52 ⁰ / ₁₀₀

- Aus 0·219 *g* vollständig trockenen Salzes wurden 0·231 *g* CO₂ und 0·028 *g* H₂O erhalten.
- 0·278 *g* Salz gaben 0·166 *g* K₂SO₄.
- 0·309 *g* des getrockneten Salzes lieferten 0·2476 *g* BaSO₄.

Procente	Gefunden			Berechnet für $C_7H_4SO_6K_2$
	1	2	3	
C	28·77	—	—	28·57 ⁰ / ₁₀₀
H	1·42	—	—	1·36 ⁰ / ₁₀₀
S	—	—	11·01	10·88 ⁰ / ₁₀₀
K	—	26·77	—	26·53 ⁰ / ₁₀₀

Das Kalisalz krystallisirt in kleinen, derben, etwas flachgedrückten farblosen Prismen. Es ist sehr leicht löslich in Wasser, jedoch an der Luft nicht zerfliesslich; in Alkohol ist es unlöslich.

Es wurde sodann noch versucht, das Kupfersalz, das Silber- und das Barytsalz dieser Sulfooxybenzoësäure darzustellen

Allein obwohl namentlich die beiden letzteren Salze gut krystallisirten, gelang es doch nicht, bei ihrer Analyse Zahlen zu erhalten, die mit einfachen Formeln, wie man geneigt sein könnte, sie diesen Substanzen analog dem Blei- und Kalisalze beizulegen, in Einklang zu bringen waren. Die gefundenen Daten sprachen insgesamt für einen etwas grösseren Gehalt an Basis, als neutralen Salzen der Sulfooxybenzoësäure zukommt, selbst in den Fällen, wo die Krystallisationen aus Lösungen erfolgten, die überschüssige freie Säure enthielten. Einen ausreichenden Grund für dieses Verhalten gelang es bis jetzt nicht festzustellen, wenn auch vielleicht die an der freien Säure beobachtete Unbeständigkeit einen Fingerzeig für die Erklärung gibt.

Verschmilzt man das Kalisalz der Sulfobenzoësäure mit der dreifachen Menge von Ätzkali, so zeigt bei einer Temperatur von 250—260° das Vorhandensein grösserer Mengen von schwefeliger Säure in einer Probe der Schmelze an, dass die Auslösung auch der zweiten Sulfogruppe vor sich gegangen ist.

Nach dem Extrahiren der angesäuerten Schmelze mit Äther bleibt beim Verdunsten des letzteren Dioxybenzoësäure in reichlicher Ausbeute zurück, die nach einmaligem Umkrystallisiren aus Wasser schon vollkommen rein erhalten wird und sich nach allen Reactionen als die Dioxybenzoësäure von Barth und Senhofer von der Stellung 1 : 3 : 5 erweist.

0·248 g der erhaltenen Krystalle wogen nach dem Trocknen bei 100° noch 0·211 g.

	Gefunden	Berechnet für $C_7H_6O_4 + 1\frac{1}{2}H_2O$
H_2O	14·92%	14·91%

Der Schmelzpunkt der Säure lag bei 227°. Die Krystallform war dieselbe, wie die der s-Dioxybenzoësäure. Mit concentrirter Schwefelsäure wurde beim Erwärmen eine tiefrothe Lösung und beim Verdünnen mit Wasser die Anthrachrysonreaction erhalten. Damit ist zugleich über die Stellung der Hydroxyl- und Sulfogruppe zum Carboxyl in der beschriebenen Sulfooxybenzoësäure entschieden.