Kleine Mittheilungen aus dem Laboratorium

von

E. von Meyer.

1. Zur Kenntniss der Einwirkung schwefliger Säure auf Nitrosoverbindungen;

von

Max Schmidt.

Zu den im Folgenden vorläufig mitgetheilten Untersuchungen gab die Beobachtung Raschig's, dass sich Hydroxylamin, die einfachste Isonitrosoverbindung, mit schwefliger Säure zu Amidosulfonsäure condensire, die erste Anregung.

Durch Einwirkung von schwefliger Säure auf Acetoxim, CH_3CNOH , in wässriger Lösung wurde glatt, unter Bildung von Aceton, Amidosulfonsäure erhalten.

Bessere Resultate hatte der Versuch mit Oximen, welche durch Säuren nicht so leicht wie das Acetoxim zerlegt werden. Zunächst sind die Naphtochinonoxime (Nitrosonaphtole) dieser Reaction unterworfen worden.

α -Nitroso- β -naphtol, sowie β -Nitroso- α -naphtol, verhalten sich insofern gleichartig, als beide damit Amidosulfonsäuren liefern, während eine solche bis jetzt aus dem α -Nitroso- α' -naphtol durch analoge Einwirkung nicht erhalten worden ist.

Beide Sulfonsäuren entstehen schon durch Einwirkung von gasförmiger schwefliger Säure auf die alkoholische Lösung der betreffenden Nitrosonaphtole, besser und in grösserer Ausbeute durch Auflösung der letzteren in Natriumbisulfit und Zersetzen desselben mit Salzsäure.

Die Amidonaphtolsulfonsäure aus dem α -Nitroso- β -naphtol krystallisirt in anfangs farblosen, allmählich blassroth werdenden Nadelchen. Sie ist unlöslich in Wasser, Alkohol, Aether und Benzol, löslich z. B. in Natriumacetat und in heisser Natriumbisulfitlösung, woraus sie beim Erkalten wieder ausfällt; die letztere Lösung fluorescirt schön hellblau. — Die Sulfonsäure

ist leicht oxydabel, besonders in feuchtem Zustand, ihre Lösungen in Alkalien werden an der Luft rasch gelb, später tiefbraun; aus ammoniakalischer Silberlösung wird durch sie metallisches Silber gefällt. — Schwefelsäure wird aus ihr nur schwierig abgespalten, z. B. durch Erhitzen im Rohr mit concentrirter Salzsäure auf 150° – 160° .

Der leichten Oxydirbarkeit halber war die directe Krystallwasserbestimmung sehr erschwert; nach der Analyse der im Exsiccator getrockneten Säure enthält dieselbe $\frac{1}{2}$ Mol. Wasser.

Die Amidonaphtolsulfosäure aus dem β -Nitroso- α -naphtol krystallisirt in stern- und garbenförmig gruppirten Nadeln; sie zeigt im Allgemeinen dasselbe Verhalten wie die vorhergehende Säure; ihr Krystallwassergehalt entspricht nach den Analysen $1\frac{1}{2}$ Mol.

Beide Säuren wurden mit der aus dem sog. Eikonogen durch Salzsäure abgeschiedenen Amidonaphtolsulfonsäure verglichen und ihre Verschiedenheit von derselben durch mehrere Reactionen festgestellt, deren Details, wie überhaupt die der ganzen Untersuchung, in einer späteren Mittheilung dargelegt werden sollen.

Die Versuche sollen noch auf andere Oxime, zunächst auf das Nitrosophenol und Nitrosoresorcin ausgedehnt werden.

Leipzig, Juli 1890.