

Universitäts- und Landesbibliothek Tirol

Ueber eine Sulfosäure eines Indolinons

Mikoss, Maria von

1928

2. Verhalten zu rauchender HNO_3

der vorhandenen Sulfogruppen als Schwefelsäure abgespalten ist.

Analyse:

Berechnet für $C_{10}H_9O_7NS_2Ba$	gefunden
S = 14.03 %	13.44 %

Die Sulfosäure des Indolinons verhält sich (diesbezüglich wie orto-oder para- Phenolsulfosäuren, von denen bekannt ist, dass bei der Bromierung die Gruppe $H SO_3$ als Schwefelsäure eliminiert, und Brom eingeführt wird.¹⁾

2. Verhältnen zur rauchenden HNO_3 .

0.1998 gr lufttrockenes Natriumsalz wurde in einer Eprövette mit rauchender Salpetersäure versetzt. Die Mischung wird in einem ^{mit}destillierten Wasser angefüllten Becherglas zunächst auf die Temperatur von 40° gebracht, und dann innerhalb einer Stunde langsam auf 80° erwärmt. Die dann mit mehrfacher Volumen Wasser versetzte Lösung scheidet beim Stehen über Nacht einen kristallisierten Niederschlag ab. Das Produkt wurde auf ein Filter gesammelt und in dem quantitativ angesammelten Filtrat durch Fällen mit Baryumchlorid die frei gewordene Schwefelsäure bestimmt.

Analyse:

berechnet für $C_{10}H_9O_7NS_2Na_2 + 3H_2O$	gefunden
S = 15.27 %	15.24 %

Das am Filter zurückgebliebene Nitroprodukt wurde aus siedendem Alkohol umkristallisiert. Die dabei erhaltenen Kristalle zeigen unter dem Mikroskop zugespitzte Prismen, sind blassgelb ge-

1) Hans Meyer: Analyse und Constitutionsvermittlung organischer Verbindungen. IV Aufl. 1922, Seite 1028. J. Obermüller: Ber. der deutschen ch. Gesellschaft XL II 1909, St. 4361.

färbt und schmelzen bei 198.5° - 199°.

Analyse:
8.59 mg lufttrockene Substanz geben 1.310 cm³ N bei 701 mm u. 20°C
berechnet für C H ON (NO₂)₂ gefunden

N = 16.7 %	16.4 %
------------	--------

Es liegt also ein Dinitroindolinon vor. Hervorzuheben ist, dass Indolinon mit rauchender Salpetersäure allein behandelt, vorwiegend ein Mononitroprodukt vom Schmelzpunkt 258° ¹⁾ und in geringer Menge ein zweites Mononitroindolinon mit dem Schmelzpunkt 188° C gibt. Durch Behandeln der Disulfosäure wird also direkt ein Dinitroprodukt erhalten, das bisher noch nicht dargestellt wurde.

Auffallend ist, dass der Schmelzpunkt dieses Dinitroindolinons niedriger ist, als der des zuerst erwähnten Mononitroindolinons; jedoch ist ein ähnliches Verhältniss bei den Nitroprodukten des Acetanilids vorhanden;

Nitroprodukte des Acetanilids	Schmelzpunkt	Nitroprodukte des Pr 3,3 Dimethyl 2. Indolinons	Schmelzpunkt
p. Nitroacetanilid	207°	1. Mononitroindolinon	258°
o. Nitroacetanilid	78°	2. Mononitroindolinon	188°
o.p. Dinitroacetanilid	120°	Dinitroindolinon	199°

Es liegt also der Schmelzpunkt des Dinitroproduktes zwischen den Schmelzpunkten der einfach nitrierten Produkte sowohl bei Acetanilid, wie bei Dinitroindolinon.

3. Verhalten zu Na-amalgam.

Es war zu erwarten, dass die hier vorliegende Sulfosäure ähnlich wie es von Naphtol-^{Naphtalin-}Naphtylaminsulfosäuren bekannt ist, in wässriger Lösung mit Na-amalgam die Sulfogruppe abspalten werde. ²⁾ Der Versuch aber zeigte, dass auch nach tagelanger Einwirkung keine vollständige Abspaltung der Sulfogruppen erfolgte, da Indolinon, das dabei hätte entstehen müssen, nicht nachweisbar war. Da aber doch schweflige Säure beim Ansäuern bemerkbar war, so wurde noch ein zweiter Versuch mit Na-amalgam unter folgenden Verhältnissen ausgeführt:

1) Monatshefte XVIII (1897) Ste 172
2) Hans Meyer: Analyse und Cond. Ermittlung von chem. Verb. IV.