universität innsbruck
Universitäts- und Landesbibliothek Tirol

Universitäts- und Landesbibliothek Tirol

Ueber eine Sulfosäure eines Indolinons

Mikoss, Maria von

1928

5. Verhalten zur 8-9 prozentigen Ammoniak

urn:nbn:at:at-ubi:2-2843

erhitzt. Nach dem Erkalten stellte der Inhalt der Röhre eine rotgefärbte, mit Kristallnadeln durchsetzte Flüssigkeit dar, die nur geringe Mengen einer verkohlten Substanz enthielt. Der Röhreninhalt wurde in einer Schüttelflasche mit Natriumkarbonat übersättigt, und mit Aether mehrmals ausgeschüttelt. Die vereinigten ätherischen Lösungen geben einen Rückstand von 0.4145 gr. der nach Umkristallisieren aus Alkohol gut ausgebildete Kristalle darstellte, die den Schmelzpunkt von 152° zeigten. Eine Probe der Kristalle in conc. Schwefelsäure gelöst, gab mit Kaliumbichromat verrieben eine intensiv rote Färbung, es lag also hier das freie Pr. 3,3 Dimethyl - 2 - Indolinon vor, dessen Menge bei glatter Zersetzung der Disulfosäure allerdings 0.5467 gr hätte betragen müssen. Berücksichtigt man aber, dass ein geringer Teil der Substanz verkohlte, und durch Ausschütteln mit Aether Indolinon doch nicht quantititiv der Lösung entzogen werden konnte, so lässt sich schon hieraus schliessen, dass eine vollständige Abspaltung vorlag. Noch sicherer geht dies aus der gefundenen Zahlen bei der Schwefelsäurebestimmung der wässerigen Lösung hervor.
Nach dem Ansäuern mit Salzsäure und Fällung mit Baryumchlorid wurden 1.5115 gr Baryumsulfat zur Wägung gebracht, daraus berechnete ich, dass 16.74 % S abgespalten wurde, die Menge, die zum Vergleich der theoretischen Menge, die 17.53 % S beträgt, nur wenig differiert.

5. Verhalten zur 8 - 9 prozentigen Ammoniak.

Eine gewogene Menge des Na-salzes wird im Bombenrohr mit 10 ccm Ammoniak vom spezifischen Gewichte 0.965 versetzt, und 6 Stunden hindurch im Schiessofen auf 120° erhitzt. Bei der Aufarbeitung des Röhreninhaltes war weder schweflige Säure noch Schwefelsäure als solche Nachweisbar.. Es wurde also die Sulfosäure in wässriger Ammoniak unter diesen Bedingungen nicht verändert.

6. Verhalten zu Essigsäureanhydrid, Acetylchlorid und Benzoylchlorid.

Bei der Darstellung der Sulfosäure waren offenbar die