Gedruckt mit Unterstützung aus dem Jerome und Margaret Stonborough-Fonds

Über Carbamid- und Guanidinderivate der Sulfofettsäuren

IV. Mitteilung

Von

Rudolf Andreasch

Aus dem Laboratorium für allgemeine Chemie an der Technischen Hochschule in Graz

(Vorgelegt in der Sitzung am 17. Dezember 1925)

Sulfoessigsäure-monoäthylester.

$$\begin{array}{l} CH_2 . SO_3 H \\ | \\ COOC_2 H_5 . \end{array}$$

In den Estern der Monohalogenfettsäuren läßt sich das Halogen leicht durch den Sulfonsäurerest ersetzen. Der so entstandene Ester der Sulfofettsäure kann durch Ammoniak in das Amid übergeführt werden, wodurch man zu denselben Produkten kommt, die aus den Amiden der Halogenfettsäuren bei Ersatz des Halogens durch den Sulfonsäurerest erhalten werden.[1]

Äquivalente Mengen von Äthylchloracetat und neutralem Kaliumsulfit wurden in wässeriger Lösung, der zur Erhöhung der Löslichkeit des Esters etwas Alkohol zugesetzt worden war, etwa eine halbe Stunde am Rückflußkühler im Wasserbade erwärmt. Die Lösung wird eingeengt und das gebildete Kaliumsalz durch franktionierte Krystallisation von gleichzeitig durch Oxydation des Sulfites entstandenem Kaliumsulfat und dem Chlorkalium getrennt. Feine mikroskopische Nadeln und Platten, die abfiltriert einen atlasglänzenden Krystallfilz darstellen. Leicht löslich in Wasser, auch etwas in siedendem Alkohol, letztere Lösung erstarrt beim Erkalten zu einem Brei dünnster Plättchen. Schmelzpunkt 183°

Analyse: Gef.: 19·01% K; 23·19, 23·13% C; 3·43, 3·47% H;
ber. für $C_4H_7KO_5S$: 18·96% K, 23·28% C, 3·42% H.

Wird eine ziemlich konzentrierte Lösung des Salzes mit Ammoniak versetzt, so krystallisieren nach einiger Zeit große tafelartige Krystalle aus, die nach dem Umkrystallisieren alle Eigenschaften des aus Chloracetamid und Sulfit erhaltenen acetamidsulfosauren Kalium zeigten.

Analyse: Gef.: 22·14% K;
ber. für $C_2H_4KO_4NS$: 22·06% K.

---

[1] Monatshefte für Chemie, *45*, 6 (1924); *46*, 27 (1925).

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Sulfopropionsäure-monoäthylester.

$$\begin{array}{l} CH_3.CH.SO_3H \\ \quad\;\; | \\ \quad\;\; COOC_2H_5. \end{array}$$

Zur Darstellung des Kaliumsalzes wurden 20 *g* α-Brompropionsäureäthylester mit dem aus 12·3 *g* Ätzkali bereiteten, neutralen Kaliumsulfit in wässerigalkoholischer Lösung am Rückflußkühler gekocht und das Kaliumsalz durch Krystallisation von den gleichzeitig entstandenen Salzen getrennt. Es bildet eine schimmernde Krystallmasse, die unter dem Mikroskope Platten und Wetzsteinformen erkennen läßt. Leicht löslich in Wasser mit neutraler Reaktion, wird auch von siedendem Alkohol aufgenommen. Schmelzpunkt 214°

Analyse: Gef.: 17·20, 17·25% K; 27·11% C; 4·33% H;
ber. für $C_5H_9KO_5S$: 17·06% K, 27·25% C, 4·12% H.

Zur Umwandlung in das Amid wurde in die alkoholische Lösung des Salzes Ammoniak eingeleitet, worauf sich nach einigen Tagen große Tafeln ausschieden, die nach der entsprechenden Reinigung alle Eigenschaften des früher[1] beschriebenen propioamid-α-sulfosauren Kalium aufwiesen.

Analyse: Gef.: 20·61% K;
ber. für $C_3H_6KO_4NS$: 20·45% K.

Als ich die Versuche auch auf die Buttersäure ausdehnen wollte stieß ich auf eine Arbeit der Herren J. Backer und J. H. Boer,[2] worin sie das durch Einwirkung von Ammoniumsulfit auf α-Brombuttersäureäthylester erhaltene Ammoniumsalz des α-Sulfobuttersäureäthylesters, $CH_3CH_2CH(SO_3NH_4).COOC_2H_5$, beschreiben. Übrigens hat bereits W. Hemilian[3] im Jahre 1875 Ammoniumsulfit auf α-Brombuttersäureäthylester einwirken lassen, den zunächst entstehenden Ester aber nicht isoliert, sondern ihn sofort durch Kochen mit Bleioxyd zur Sulfobuttersäure verseift.

Es sollte auch versucht werden, ob die in den früheren Mitteilungen[4] beschriebenen Sulfoderivate von Acylharnstoffen, Acylguanidinen und Acylamiden auch durch Einwirkung von Chlorsulfonsäure auf die Muttersubstanzen herstellbar wären. Beim Acetamid konnte nach der Einwirkung von Chlorsulfonsäure aus dem Reaktionsprodukte nur Sulfoessigsäure als Barytsalz abgeschieden werden (gef.: 46·64% Ba; ber. für $C_2H_2O_5SBa+H_2O$: 46·81%). Ebenso

---

[1] Monatshefte für Chemie, *46*, 27 (1925).
Rec. trav. chim Pays-Bas, *43*, 297 bis 315; Chem. Centralbl. 1924, II, 171.
[3] Annalen der Chemie, *176*, 9 (1875).
[4] Monatshefte für Chemie, *43*, 485 (1922); *45*, 1 (1924); *46*, 23 (1925).

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

resultatlos verliefen die Versuche mit Acetylharnstoff, dagegen führte die Einwirkung von Chlorsulfonsäure auf Acetylguanidin zu dem erwarteten Körper.

Iminoallophanylmethansulfosäure (Acetylguanidinsulfosäure).[1]

$$H_2N.C(NH).NH.CO.CH_2.SO_3H.$$

Das als Ausgangsprodukt notwendige Acetylguanidinacetat wurde nach Korndörfer[2] durch Erhitzen von Guanidincarbonat mit Acetanhydrid dargestellt. Das durch Fällung mit Pikrinsäure erhaltene und durch Umkrystallisieren aus heißem Wasser gereinigte Pikrat bildet ein hellgelbes, krystallinisches Pulver, das im Mikroskope kleine Sternchen erkennen läßt. Schmilzt unter Zersetzung bei ungefähr 300°

Analyse: Gef.: 25·50% N;
ber. für $C_3H_7ON_3.C_6H_3O_7N_3$: 25·46% N.

10 *g* gut getrocknetes Acetylguanidinacetat wurden mit etwas mehr als der theoretischen Menge (10 *g* statt 7·2) frisch destillierter Chlorsulfonsäure im Kölbchen mit Steigrohr erhitzt. Schon bei einer Temperatur von 100° des Paraffinbades tritt lebhafte Entwicklung von Chlorwasserstoff ein, nach einstündigem Erhitzen, wobei zuletzt die Temperatur auf 160° gesteigert wurde, war die Einwirkung beendet. Auf Zusatz von Wasser zum Reaktionsprodukt verwandelt sich dieses in einen Krystallbrei, der durch mehrfaches Umkrystallisieren unter Zuhilfenahme von Tierkohle in Gestalt eines schwach gelblichweißen, kreidigen, abfärbenden Pulvers erhalten wird. Mit Vorliebe scheidet sich der Körper beim Einengen verdünnter Lösungen in Gestalt von Krusten an den Wandungen der Schale und an der Oberfläche aus. Immerhin wies die Substanz, die die Zusamensetzung der Iminoallophanylmethansulfosäure hatte, einige Verschiedenheiten auf, die mich anfangs an eine zweite Modifikation der Iminoallophanylmethansulfosäure denken ließen, was um so wahrscheinlicher war, als von F. Emich zwei verschiedene Guanidinpikrate[3] und in jüngster Zeit von Tenneyl L. Davis, Avery,

---

[1] Die bisher gebrauchten Namen: Carbamidsulfoessigsäure, Guanidosulfoessigsäure usw. sind nicht ganz richtig. Für die erstere Säure ist bereits die Bezeichnung Allophanylmethansulfosäure von Kučera (Monatshefte für Chemie, *25*, 145, 1914) gebraucht worden. Weniger gut gewählt scheint mir der Name Sulfoessigsäure-ureïd, der in der 4. Aufl. von Beisteins Handbuch, 4. Bd., p. 22, für diese Säure gebraucht wird, zu sein, da er nicht eindeutig ist. Für die Guanidinderivate könnte man einen ähnlichen Namen bilden, wenn man die von v. Nencki (Journ. für prakt. Chemie 2. F., *17*, 237, 1878) in Form des Äthylesters dargestellte Guanidinmonocarbonsäure $NH_2.C(NH).NH.COOH$ als Iminoallophansäure bezeichnete. Es würde dann dem bisher als Guanidosulfoessigsäure bezeichneten Körper der Name Iminoallophanylmethansulfosäure zukommen.

[2] Archiv für Pharmacie, *241*, 467 (1903).

Monatshefte für Chemie, *12*, 24 (1891); vgl. a. v. Cordier, ibid., *27*, 700 (1906).

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

A. Ashdown und Henry B. Couch[1] zwei Nitroguanidine beobachtet wurden.

Analysen: Gef.: 20·01, 19·78% C; 4·01, 4·00% H; 17·89% S[2]; 23·21% N;
ber. für $C_3H_7O_4N_3S$: 19·88% C, 3·89% H, 17·70% S, 23·20% N.

Um Anhaltspunkte für eine etwaige Strukturverschiedenheit zu gewinnen, wurden beide Körper der Hydrolyse mit Barythydrat unterworfen. 2 *g* der aus Chloracetylguanidin dargestellten Verbindung wurden mit etwas mehr als der theoretischen Menge Barythydrat in wässeriger Lösung durch 2 Minuten gekocht, wobei keine merkbare Ammoniakentwicklung auftrat. Nach Fällung des überschüssigen Barytes durch Kohlensäure wurde eingeengt und das auskrystallisierende Barytsalz durch Umkrystallisieren gereinigt. Es erwies sich nach Eigenschaften und Analyse als sulfoessigsaures Baryum.

Analyse: Gef.: 6·20% H_2O; 46·79% Ba;
ber. für $C_2H_2BaSO_5 + H_2O$: 6·14% H_2O; 46·81% Ba.

Aus der Mutterlauge wurde das gleichzeitig entstandene Guanidin nach F. Emich (l. c.) als Pikrat abgeschieden und durch seine charakteristische Krystallform und die Analyse erkannt.

Analyse: Gef.: 29·26% N;
ber. für $CH_5N_3 . C_6H_3O_7N_3$: 29·17% N.

Es zerfällt also, wie zu erwarten war, die Iminoallophanylmethansulfosäure durch Barythydrat unter Wasseraufnahme in Guanidin und Sulfoessigsäure. Der zweite Körper wurde in ganz gleicher Weise behandelt und ergab folgende Werte:

Analyse: Gef.: 46·63% Ba; 29·23% N;
ber. 46·81% Ba; 29·17% N.

Es verhalten sich also beide Verbindungen bei der Hydrolyse in gleicher Weise.

Wird bei der Darstellung der Iminoallophanylmethansulfosäure statt des Acetylguanidinacetats das Acetylguanidinchlorhydrat, das man nach Korndörfer durch Erhitzen von Guanidinchlorhydrat und Acetylchlorid im Rohr auf 105° erhält, verwendet, so resultiert eine viel reinere Iminoallophanylmethansulfosäure, die schon nach einmaligem Umkrystallisieren alle Eigenschaften der aus Chloracetylguanidin und Sulfit erhaltenen Verbindung zeigt, so daß an der Identität beider Verbindungen nicht zu zweifeln ist.

---

[1] Journ. Amer. Chem. Soc., *47*, 1063; Chem. Centralbl. 1925, II, 165.

Diese und alle folgenden Schwefelbestimmungen sind nach der Methode von Piria-Schiff ausgeführt worden.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Analyse: Gef.: 20·00% C, 4·07% H, 23·10% N;
ber. 19·88% C, 3·89% H, 23·20% N.

Eine Löslichkeitsbestimmung ergab: Es lösen 100 Teile Wasser von 20° 0·069 Teile Substanz und von 100° 0·93 Teile. Oder 1 Teil Substanz braucht 1452 Teile Wasser von 20° und 107 Teile von 100° zur Lösung.

Da die wässerige Lösung der Iminoallophanylmethansulfosäure neutral reagiert, ist die Bildung eines »Innensalzes« anzunehmen.

Sulfoessigsaures Guanidin.

Da ich anfangs bei dem Körper der ersten Darstellungsform auch an das Vorliegen von sulfoessigsaurem Guanidin denken mußte, was freilich in der Analyse zum Ausdruck gekommen wäre, so wurde dieses Salz aus freier Sulfoessigsäure und kohlensaurem Guanidin dargestellt, am besten so, daß man die Lösung eindampfte und durch wiederholtes Auskochen mit Weingeist den Rückstand in Lösung brachte. Beim Erkalten krystallisierten feine spröde Nadeln aus, die in Wasser ungemein löslich, aber nicht zerfließlich waren. Schmelzpunkt 192°

Analyse: Gef.: 32·60% N;
ber. für $(CH_5N_3)_2.C_2H_4O_5S$: 32·55% N.

Iminoallophanyl-äthan-α-sulfosäure (Propionylguanidin-α-sulfosäure).[1]

$$NH_2.C(NH).NH.CO.CH(SO_3H).CH_3.$$

Die Darstellung des Propionylguanidins erfolgte nach Korndörfer,[2] mit dem Unterschiede, daß nur die gleiche Menge von Propionylchlorid anstatt, wie Korndörfer vorschreibt, die doppelte Menge vom Guanidinchlorhydrat genommen wurde. Zur weiteren Charakterisierung des Körpers wurde das Pikrat dargestellt; es bildete orangegelbe, zentimeterlange, an den Enden schief abgeschnittene Nadeln, Schmelzpunkt 227°, löslich in heißem Wasser und kochendem Alkohol.

Analyse: Gef.: 24·65% N;
ber. für $C_4H_9ON_3.C_6H_3O_7N_3$: 24·42% N.

Das Propionylguanidinchlorhydrat wurde in gleicher Weise, wie beim Acetylguanidin beschrieben, mit Chlorsulfonsäure behandelt. Das unter Zusatz von Tierkohle umkrystallisierte Einwirkungsprodukt hatte genau dieselben Eigenschaften wie die aus Brompropionylguanidin und Sulfit erhaltene Iminoallophanyläthansulfosäure.[3] Sinterung bei 280°, vollständiges Schmelzen bei 315°

---

[1] S. die Fußnote p. 3.
[2] l. c.
[3] Monatshefte für Chemie, *46*, 23 (1925).

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Analyse: Gef.: 24·59% C, 4·76% H, 21·65% N, 16·61% S;
ber. für $C_4H_9O_4N_3S$: 24·60% C, 4·65% H, 21·53% N, 16·43% S.

Die Bildung der Verbindung erfolgt nach der Gleichung: $NH_2 . C(NH) . NH . CO\ CH_2\ CH_3 . HCl + Cl . SO_3H = 2\ HCl + NH_2 . C(NH) . NH . CO . CH(SO_3H) . CH_3$.

Die Spaltung der Substanz wurde mit Barytwasser vorgenommen und dabei wie im vorigen Falle verfahren. Das erhaltene Baryumsalz hatte die Zusammensetzung eines α-propionsulfosauren Baryums mit 2 Mol Krystallwasser.

Analyse: Gef.: 10·99% H_2O, 42·31% Ba;
ber. für $C_3H_4BaO_5S + 2\ H_2O$: 11·06% H_2O, 42·31% Ba.

In den Mutterlaugen ließ sich Guanidin als Pikrat nachweisen.

Analyse: Gef.: 29·23% N;
ber. für $CH_5N_3 . C_6H_3O_7N_3$: 29·17% N.

Butyrylguanidin.

$NH_2 . C(NH) . NH . CO . CH_2 . CH_2 . CH_3$.

Dieser Körper ist bisher noch nicht dargestellt worden. Man erhält ihn leicht in Form des Chlorhydrates, wenn man Guanidinchlorhydrat mit einem kleinen Überschusse von Butyrylchlorid im Rohr auf 105° erhitzt. Um den Druck nicht zu hoch werden zu lassen, ist es gut, nach etwa einstündigem Erhitzen die Röhre aufzublasen und von neuem zuzuschmelzen. Der Inhalt stellte eine von kugeligen Krystallaggregaten durchsetzte Masse dar, die aus siedendem Alkohol umkrystalliert wurde. Es bildet dann einen aus feinsten Nadeln bestehenden Krystallfilz, der in Wasser, Alkohol und Aceton sehr leicht löslich ist, von Äther nur wenig aufgenommen wird.

Analyse: Gef.: 36·17% C, 7·40% H, 25·50% N, 21·95% HCl;
ber. für $C_5H_{11}ON_3 . HCl$: 36·25% C, 7·30% H, 25·38% N, 22·02% HCl.

Butyrylguanidinpikrat.

Das Pikrat stellt eine lockere Krystallmasse dar, die unter dem Mikroskope gezähnte Nadeln erkennen läßt. Leicht löslich in heißem Alkohol und Wasser, wenig in Äther, sintert bei 200° und schmilzt unter Zersetzung bei etwa 225°

Analyse: Gef.: 36·91% C, 3·92% H, 23·58% N;
ber. für $C_5H_{11}ON_3 . C_6H_3O_7N_3$: 36·86% C, 3·94% H, 23·47% N.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Iminoallophanyl-propan-α-sulfosäure (Butyrylguanidin-α-sulfosäure).

$$NH_2 . C(NH)NH . CO . CH(SO_3H) . CH_2 . CH_3.$$

Bei der Einwirkung der Chlorsulfonsäure auf das Butyrylguanidinchlorhydrat wurde wie in den früheren Fällen verfahren. Die neue Substanz bildete kleine dicke Nadeln, die häufig zu Sternchen vereinigt sind. Sinterung bei 290°, Schmelzung bei etwa 314°

Analyse: 28·50% C, 5·30% H, 19·96% N;
ber. für $C_5H_{11}O_4N_3S$: 28·69% C, 5·30% H, 20·04% N.

Die Substanz stimmte in ihren Eigenschaften vollständig mit dem aus Brombutyrylguanidin und Sulfit erhaltenem Körper überein.

Die Barytspaltung erfolgte wie bei den früher beschriebenen Körpern, nur mußte hier zur vollständigen Zersetzung etwa eine halbe Stunde gekocht werden. Aus der vom überschüssigen Baryt befreiten Flüssigkeit krystallisierte bei genügender Konzentration ein Barytsalz in dünnen Blättchen aus, das nach der Analyse α-sulfobuttersaures Baryum war.[1]

Analyse: Gef.: 10·47% H_2O, 40·36% Ba;
ber. für $C_4H_6BaO_5S+2\,H_2O$: 10·61% H_2O, 40·46% Ba.

In den Mutterlaugen des Barytsalzes konnte Guanidin durch Pikrinsäure nicht nachgewiesen werden, offenbar ist dasselbe durch das längere Kochen in Kohlensäure und Ammoniak zersetzt worden.

Isobutyrylguanidin.

$$NH_2 . C(NH) . NH . CO . CH . (CH_3)_2.$$

Diese bisher ebenfalls noch nicht bekannte Verbindung wird durch Erhitzen von Guanidinchlorhydrat mit Isobutyrylchlorid im Rohr auf 105 bis 110° gebildet. Durch Aufstreichen der Krystallmasse auf Tonteller, Behandlung mit Tierkohle und Umkrystallisieren wird es in Form des Chlorhydrates als in Wasser und Alkohol sehr leicht lösliche Nadeln oder Plättchen erhalten. Die Substanz enthält 1 Mol Krystallwasser, das bereits im Exsiccator teilweise entweicht.

Analyse: Gef. 9·86% H_2O, 22·04% HCl;
ber. für $C_5H_{11}ON_3 . HCl+H_2O$: 9·81% H_2O, 22·02% HCl.

Schmelzpunkt der entwässerten Substanz 122 bis 123°

Isobutyrylguanidinpikrat.

Dasselbe bildet ein hochgelbes, schimmerndes Pulver, aus feinsten Nadeln bestehend. Leicht löslich in heißem Wasser, weniger in Alkohol. Schmilzt unter Zersetzung über 300°

---

[1] Hemilian, Annalen der Chemie. *176*, 3 (1875).

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Analyse: Gef.: 23·50% N;
ber. für $C_5H_{11}ON_3.C_6H_3O_7N_3$: 23·46% N.

Platinat des Isobutyrylguanidins.

Eine Lösung des Chlorhydrates wird mit einem Überschuß von Platinchlorwasserstoffsäure bei niederer Temperatur eingeengt, wobei dicke orangegelbe Plättchen oder körnige Krystalle erhalten werden. Schmelzpunkt unscharf bei 203° unter Gasentwicklung.

Analyse: Gef.: 29·43% Pt;
ber. für $(C_5H_{12}ON_3Cl)_2PtCl_4$: 29·21% Pt.

β-(Iminoallophanyl-propan)-α-sulfosäure (Isobutyrylguanidinsulfosäure).

$$NH_2.C(NH).NH.CO.C(SO_3H).(CH_3)_2.$$

Durch Erhitzen von Isobutyrylguanidinchlorhydrat mit Chlorsulfonsäure auf 160° und Umkrystallisieren des Einwirkungsproduktes wird dasselbe in Gestalt feiner Nadeln oder Schüppchen vom Schmelzpunkte 325° erhalten.[1] Bezüglich der Schmelzpunkte dieser Körper muß erwähnt werden, daß sie nicht besonders charakteristisch sind, da sie ja eigentlich die Schmelzpunkte der Zersetzungsprodukte darstellen und je nach Art der Erhitzung etwas differieren.

Analyse: Gef 28·59% C, 5·41% H, 15·42% S, 20·11% N;
ber. für $C_5H_{11}O_4N_3S$: 28·69% C, 5·30% H, 15·32% S, 20·04% N.

Die Substanz ist viel leichter löslich als die bisher beschriebenen Guanidinderivate der Sulfofettsäuren. Es lösen 100 Teile Wasser von 20° 1·34 Teile Substanz und von 100° 10·08 Teile oder es löst sich ein Teil Substanz bei 20° in 75 Teilen Wasser oder in 9·92 Teilen bei 100°.

Die Spaltung mit Barythydrat wurde in üblicher Weise durchgeführt, nur muß auch hier etwas länger gekocht werden, wenn dieselbe vollständig sein soll. Dabei tritt starke Ammoniakentwicklung auf. Es wurde ein in derben Nadeln krystallisierendes Barytsalz erhalten, dessen Analyse zur Formel eines sulfoisobuttersauren Baryums $C_4H_6BaO_5S+3H_2O$ stimmte.

Analyse: Gef.: 15·11% H_2O, 38·42% Ba;
ber. 15·12% H_2O, 38·42% Ba.

Ein Baryumsalz der Sulfoisobuttersäure habe ich zuerst durch Oxydation des Iminocarbaminthio-isobuttersäureanhydrids oder des Dimethylhydantoins[2] erhalten, ebenso durch Einwirkung von Chlorsulfonsäure auf Isobuttersäure, und zwar mit 4 Mol Krystallwasser.

---

[1] In der Abhandlung über die Iminoallophanyl-propansulfosäure (Monatshefte für Chemie, *46*, 27) ist versehentlich der falsche Schmelzpunkt 168° angegeben.

[2] Monatshefte für Chemie, *8*, 411 bis 413 (1887).

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Später hat dann van Charante[1] die Sulfoisobuttersäure eingehend untersucht, dabei aber nur ein Barytsalz mit 3 Mol Wasser erhalten können. Ich habe von den früheren Untersuchungen her noch einige Gramme des Barytsalzes vorgefunden. Dasselbe wurde nochmals umkrystallisiert und dabei in äußerst feinen caffeïnartigen Nadeln erhalten, die radial angeordnet waren und in Rosetten von etwa 3 *cm* Durchmesser den Boden der Schale bedeckten. Die abgesaugte und an der Luft getrocknete Substanz ergab folgende Resultate.

Analyse: Gef. 18·87% H_2O, 36·41% Ba;
ber. für $C_4H_6BaO_5S + 4H_2O$: 19·19% H_2O, 36·58% Ba.

Es hatte also das Salz die vor Jahren mitgeteilte Zusammensetzung. Als aber der Körper nochmals umkrystallisiert wurde, bildete er dicke Nadeln von etwa 6 *mm* Länge und enthielt nur mehr 3 Mol Wasser.

Analyse: Gef.: 15·12% H_2O, 38·40% Ba;
ber. für $C_4H_6BaO_5S + 3H_2O$: 15·12% H_2O, 38·42% Ba.

Leider gelang es mir nicht, dieses letztere Salz wieder in das so charakteristisch krystallisierende erstere Salz mit 4 Mol Krystallwasser zurückzuverwandeln. Jedenfalls ist aber das Vorhandensein von zwei Baryumsalzen der Isosulfobuttersäure festgestellt.

Die vorstehenden Untersuchungen wurden mit einer Unterstützung der Akademie der Wissenschaften aus der Erbschaft Czermak durchgeführt.

---

[1] Rec. d. Trav. chim. d. Pays-bas, *24*, 71 (1903).

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: Sitzungsberichte der Akademie der Wissenschaften mathematisch-naturwissenschaftliche Klasse

Jahr/Year: 1925

Band/Volume: 134_2b

Autor(en)/Author(s): Andreasch Rudolf

Artikel/Article: Über Carbamid- und Guanidinderivate der Sulfofettsäuren. IV. Mitteilung. 639-647