

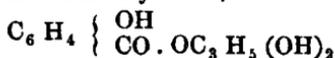
das Bleipapier wurde stark braun und zuletzt bei einem grösseren Zusatz schwarz gefärbt.

Die Fällung der unterschwefeligen Säure durch Blei ist unumgänglich nöthig um die salpetrige Säure zu entfernen, weil sie das Auftreten des Schwefelwasserstoffs verhindern würde.

Cöln, 1. October 1877.

**456. Christian Göttig: Ueber einen neuen Aether des Glycerins.**  
(Eingegangen am 13. Octbr.; verl. in d. Sitzung von Hrn. E. Salkowski.)

Bei einer Untersuchung über die Theorie der Bildung zusammengesetzter Aether, die mich augenblicklich noch beschäftigt, habe ich einen neuen Säureäther des Glycerins, den Salicylsäureglycerinäther



dargestellt und untersucht. — Ich erlaube mir, die Resultate der Gesellschaft im Folgenden kurz zu unterbreiten.

**I. Darstellung des Salicylsäureglycerinäthers.**

Zur Darstellung des oben bezeichneten Aethers wurde reine, krystallisirte Salicylsäure<sup>1)</sup> in auf 100° C. erwärmtem Glycerin bis zur Sättigung des letzteren aufgelöst und in diese durch siedendes Wasser erwärmte Lösung anhaltend trockenes Salzsäuregas geleitet. Hierbei färbte sich die zuerst klare Lösung etwas gelb und nach kurzer Zeit sammelten sich ölarartige, bräunliche Kügelchen auf den Boden des Kolbens an, die sich allmählich vermehrten, so dass nach dreitägigem Einleiten der grösste Theil der in dem Glycerin aufgelösten Salicylsäure an der Bildung des abgeschiedenen Körpers Theil genommen hatte, was sowohl aus der Gewichtsmenge der gewonnenen Substanz, wie auch daraus hervorging, dass nach dem Erkalten der mit Salzsäure behandelten, gesättigten Lösung der Salicylsäure sich von diesem letzteren Körper nichts mehr ausschied, während derselbe in Glycerin bei gewöhnlicher Temperatur nur in geringer Menge löslich ist.

Die auf dem Boden des Kolbens angehäuften ölige Masse wurde von der überstehenden Flüssigkeit getrennt und durch häufiges Waschen mit Wasser von etwa anhaftender Salzsäure oder beigemischtem Glycerin befreit. — Die auf diese Weise gereinigte, im Vacuum über Schwefelsäure vollständig getrocknete, bräunlich gefärbte Substanz liess sich bei gewöhnlichem Luftdruck nicht unzersetzt destilliren, auch stellte sich heraus, dass sie nur in geringer Menge mit Wasserdämpfen flüchtig ist. Es war deshalb zweckmässig eine andere Reinigungsmethode anzuwenden, welche sich durch die Eigenschaft des

<sup>1)</sup> Aus der Fabrik des Herrn Dr. von Heyden in Dresden.

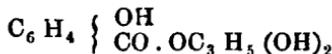
Aethers, im luftverdünnten Raume ohne Zersetzung zu sieden, ergab. Das durch Destillation im Vacuum gewonnene, vollständig farblose und klare Produkt wurde analysirt.

Die Analyse gab Resultate, die der Zusammensetzung des Salicylsäureglycerinäthers entsprechen:

1) Aus 0.215 Gr. Substanz erhielt ich 0.443 Gr.  $\text{CO}_2$  und 0.114 Gr.  $\text{H}_2\text{O}$  und

2) Aus 0.191 Gr. Substanz, 0.394 Gr.  $\text{CO}_2$  und 0.103 Gr.  $\text{H}_2\text{O}$ .

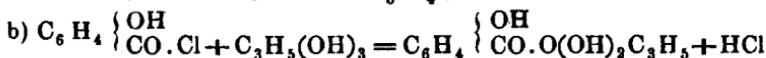
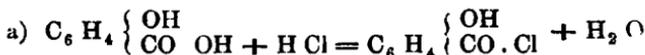
Die Formel



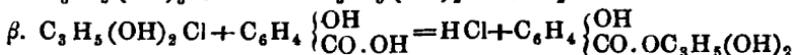
verlangt:

	Berechnet.		Gefunden.	
$\text{C}_{10}$	120	56.60	56.19	56.25
$\text{H}_{12}$	12	5.66	5.88	5.98
$\text{O}_5$	80	37.73	—	—

Die Bildung des Salicylsäureglycerinäthers und der zusammengesetzten Aether überhaupt nach der hier beschriebenen Methode lässt sich auf zweierlei Weise erklären. Entweder nach der Ansicht von Friedel<sup>1)</sup> in der Art, dass sich zuerst das Chlorid des Säurerestes bildet, welches sich mit dem betreffenden Alkohol unter Abspaltung von Salzsäure zu dem Aether umsetzt:



oder, wie ich es nach später mitzutheilenden Versuchen für wahrscheinlicher halte, dass sich, durch die zugleich chlorirende und wasserabspaltende Wirkung der Salzsäure, zunächst das Chlorid des Alkoholrestes bildet, aus welchem mit der Säure, durch wechselseitige Zersetzung, der zusammengesetzte Aether neben Salzsäure entsteht:



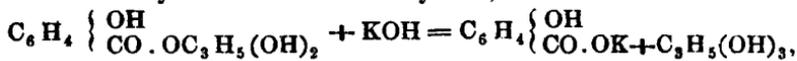
Die Darstellung des Salicylsäureglycerinäthers nach der Methode von Bertholet,<sup>2)</sup> welcher Fettsäureäther des Glycerius durch anhaltendes Erhitzen dieses Körpers mit den Säuren erhielt, ist mir bis jetzt nicht gelungen. Das im zugeschmolzenen Glasrohr bei 100° C. etwa 50 Stunden lang erhitzte Gemisch von Glycerin und Salicylsäure hatte sich etwas braun gefärbt, ohne dass jedoch durch abgechiedene Substanz die Anwesenheit des Aethers sicher darin nachzuweisen war.

<sup>1)</sup> Diese Berichte II, S. 318 und S. 18.

<sup>2)</sup> Annalen d. Chem. und Pharm. LXXXVIII, S. 304, ebendas. XCII, S. 301 und ebendas. LXXX, S. 312.

## II. Reactionen des Salicylsäureglycerinäthers.

1) Beim Erhitzen mit Alkalien zerfällt der Salicylsäureglycerinäther in salicylsanres Alkali und Glycerin, nach der Formel:



2) durch Eisenchloridlösung wird derselbe violett gefärbt.

## III. Eigenschaften des Salicylsäureglycerinäthers.

Der Salicylsäureäther des Glycerins ist eine farblose und fast geruchlose, in Alkohol, Aether und Schwefelkohlenstoff leicht lösliche Flüssigkeit vom spec. Gewicht 0.13655. Er zeigt bei gewöhnlicher Temperatur syrupartige Consistenz, wird beim Erwärmen dünnflüssig und siedet bei normalem Luftdruck nicht ohne Zersetzung. Im Vacuum lässt er sich unzersetzt bei constanter Temperatur destilliren und ist auch mit Wasserdämpfen flüchtig. Bei der vorläufigen optischen Untersuchung des Salicylsäureglycerinäthers im Hohlprisma, zeigte sich, dass derselbe ein bedeutendes Dispersionsvermögen besitzt.

**457. Alex. Naumann: Ueber Destillation von Terpentinöl und Kohlenstofftetrachlorid durch eingeleiteten Wasserdampf.**  
(Eingegangen am 14. October; verl. in der Sitzung von Hrn. E. Salkowski.)

Der im vorletzten Heft<sup>1)</sup> beschriebenen Untersuchungsweise wurden zunächst noch Terpentinöl und Kohlenstofftetrachlorid, welches letzteres specifisch schwerer ist als Wasser, unterworfen. Für die mit II bezeichneten Beobachtungsreihen wurde statt des früher a. a. O. beschriebenen Siedegefäßes I ein entsprechendes von kleineren Dimensionen angewandt, dessen Höhe bis zum Stopfen im Ganzen 310 Mm. und über der Mündung des Wasserdampfleitungsrohrs 275 Mm. betrug, während der Hals unten am kugelförmigen Raum einen Durchmesser von 25 Mm. und oben von 35 Mm. besass und bis zum Stopfen 215 Mm. lang war. Beide Apparate lieferten übereinstimmende Ergebnisse.

### Terpentinöl und Wasser.

Das angewandte Terpentinöl besass bei 20° das spec. Gewicht 0.8827, bezogen auf Wasser von gleicher Temperatur, und destillirte zwischen 158° und 164°, vorwiegend aber bei 160° während das Barometer 748 Mm. (undred.) zeigte.

Zur näheren Erforschung der Bedingungen des Ueberschusses der Temperatur des Dampfgemenges über diejenige des Flüssigkeitsgemenges wurde die Dampftemperatur bei den in

<sup>1)</sup> Diese Berichte X. 1421.