161. Nagajosi Nagai: Ueber Diacetalphahomoprotocatechusäure. (Aus dem Berl. Univ.-Laborat. CCCLXIV.)

Im Anschluss an die vorstehende Untersuchung theile ich noch ein Resultat mit, welches ich bei dem weiteren Arbeiten mit Alphahomoprotocatechusäure erhalten habe.

Diacetalphahomoprotocatechusäure

$$C_{12} H_{12} O_6 = C_6 H_3 (CH_2 . COOH) (O C_2 H_3 O).$$

Man gewinnt diese Verbindung, wenn man reine Alphahomoprotocatechusäure mit einem Ueberschuss von Essigsäureanhydrid 3 bis 4 Stunden zum gelinden Sieden erhitzt. Man kocht das Reactionsproduct mit Wasser aus, filtrirt von unlöslichen harzigen Zersetzungsproducten ab und lässt das Filtrat erkalten. Es erstarrt dabei zu Die Verbindung wird durch mehrmaliges Umeinem Krystallbrei. krystallisiren aus verdünntem Alkohol im reinen Zustande gewonnen. Die so dargestellte Diacetalphahomoprotocatechusäure bildet Aggregate mikroskopischer Krystalle; sie ist in reinem, essigsäurefreiem Wasser sehr schwer löslich, leichter löslich in Alkohol und Aether. Schmelzpunkt liegt bei 89-90°. Eine wässerige Lösung der Diacetalphahomoprocatechusäure giebt mit Eisenchlorid keine Reaction mehr, die in der Säure vorhandenen Acetylgruppen lassen sich leicht durch Erhitzen der Verbindung mit Alkohol und concentrirter Schwefelsäure constatiren; es entwickelt sich dabei ein deutlicher Geruch nach Essigäther. Die von der reinen Säure gemachte Verbrennung führte zu folgenden Zahlen:

	Theorie		Versuch
C_{12}	144	57.14 pCt.	57.33 pCt.
H ₁₂	12	4.76 -	5.13 -
O_6	96	38.10 -	_
	252	100.00 pCt.	

Weiter hatte ich gehofft, durch partielle Methylirung der Alphahomoprotocatechusäure ein Homologon der Isovanillinsäure darstellen zu können. Diese Versuche haben jedoch nicht das erwartete Ergebniss geliefert; ich habe dabei als Reactionsproduct nur die von Tiemann und Matsmato¹) bereits beschriebene Dimethylalphahomoprotocatechusäure (Alphahomoveratrinsäure) erhalten. Ich bin mit Versuchen, beschäftigt die gesuchte Alphahomoisovanillinsäure durch eine partielle Entmethylirung der Alphahomoveratrinsäure darzustellen.

¹⁾ Diese Berichte XI, 143.