

7) 0.250 g Substanz gab 0.4815 g CO₂ = 52.53 pCt. C,
 0.102 g H₂O = 4.53 pCt. H,
 Entstandene CrO₃ entsprach 0.031 g Ca = 12.49 pCt. Ca.

IV. Hippursaures Strontium, (C₉H₈NO₃)₂ Sr + 2H₂O.

8) 0.200 g Substanz lieferte 0.3285 g CO₂ = 44.80 pCt. C
 gegen 45.05 pCt.
 0.0775 g H₂O = 4.31 pCt. H
 gegen 4.17 pCt.

9) 0.200 g Substanz gab 0.327 g CO₂ = 44.61 pCt. C,
 0.076 g H₂O = 4.22 pCt. H,
 Entstandene CrO₃ entsprach 0.036 g Sr = 18.06 pCt. Sr
 gegen 18.25 pCt.

10) 0.200 g Substanz gab 0.3275 g CO₂ = 44.66 pCt. C,
 0.0790 g H₂O = 4.38 pCt. H,
 Entstandene CrO₃ entsprach 0.0365 g Sr = 18.15 pCt. Sr.

V. Nitrokresotinsaures Kali, C₈H₆KNO₅.

11) 0.1875 g Substanz gab 0.2795 g CO₂ = 40.66 pCt. C
 gegen 40.83 pCt.
 0.0465 g H₂O = 2.75 pCt. H
 gegen 2.55 pCt.
 0.0311 g K = 16.55 pCt. K
 gegen 16.66 pCt.

400. H. Schwarz: Zur Darstellung der Orcincarbonensäure, sog. Pseudoorsellinsäure.

(Eingegangen am 31. Juli.)

Bei meinen Arbeiten über das Homofluorescein (s. d. Berichte XIII, 543) versuchte ich auch vom Orcin rückwärts zur Orsellinsäure zu gelangen. Erst, nachdem ich schon mit der Darstellung dieses Derivates zu befriedigenden Resultaten gelangt war, kam mir die Arbeit von C. Senhofer und C. Brunner über die direkte Einführung von Carboxylgruppen in Phenole (Bericht der Wiener Akademie vom 11. März) zu Gesicht, in welcher dieselben über die Darstellung einer der Orsellinsäure gleich zusammengesetzten, davon indessen durch geringere Löslichkeit in Wasser und eine blaue Eisenchloridreaktion unterschiedenen Orcincarbonensäure berichten. Unter diesen Umständen bleibt mir nur übrig, meine von der jener Herren abweichende Darstellungsmethode kurz anzuführen, welche mir ein in allen Beziehungen identisches Produkt lieferte. Die Methode fällt gänzlich mit der

ausgezeichneten Methode der Salicylsäurearstellung von Kolbe und v. Heyden zusammen. Das Orcin wird mit Aezalkalien zur Trockne gebracht und dann bei hoher Temperatur mit trockner Kohlensäure behandelt. Das relativ günstigste Resultat wurde bei Einhaltung folgender Verhältnisse gewonnen. Reines, krystallisirtes Orcin (1 Molekül) wird zu Kalihydrat (1 Molekül), das nachher in möglichst wenig Wasser in einer Silberschaale durch Erwärmen gelöst wird, zugefügt. Es tritt eine lebhaft entwickelte Entwicklung von Wasserdampf und starkes Aufkochen ein. Man fügt dann, um eine möglichste Vertheilung des entstandenen, sehr hygroskopischen Orcinkaliums zu erzielen, ausge-siebtes Holzkohlenpulver von Hirsekorngrösse zu, welches das geschmolzene Orcinkalium aufsaugt, und setzt das Erhitzen unter constantem Umrühren fort, bis die Masse beim Erkalten trocken erscheint. Man füllt sie noch heiss in ein Glasrohr ein, das an dem einen Ende ausgezogen und durch Asbest lose verschlossen ist und legt dieses in den bekannten Kammerofen ein, der als Luftbad dient. Man hält die Temperatur desselben auf 230° — 240° C., während man, um das hartnäckig anhängende Wasser zu verjagen, trockenen Wasserstoff hindurch leitet, fügt sodann einen Apparat zur Entwicklung trockner Kohlensäure an und steigert die Temperatur auf 250° — 260° C. Ein durch ca. $1\frac{1}{2}$ Stunden unterhaltener, langsamer Kohlensäurestrom genügt meistens. Zwischendurch kann man auch wohl den Inhalt herausnehmen, etwas zerreiben und mischen, um neue Absorptionspunkte bloss zu legen. Sobald eine Probe nach dem Ausziehen mit wenig Wasser und Zusatz von Salzsäure eine bräunliche, krystallinische Fällung ergibt, wird das Rohr herausgenommen, und nach dem Abkühlen die Kohle in demselben direkt mit Wasser ausgedeckt. Das meist dunkelbraun gefärbte Filtrat fluorescirt schwach grün. Es giebt nach dem Ansäuern bei genauer Einhaltung obiger Vorschriften eine reichliche Fällung hellbräunlicher, mikroskopischer Nadeln, welche bei gekreuzten Nicols schöne Farben zeigen.

Man reinigt dieselben ohne allzugrossen Verlust durch Auflösen in heissem Wasser, Zusatz von ausgezogener Knochenkohle und Filtriren, eine Operation, die man nöthigenfalls nochmals wiederholt. Beim Erkalten scheiden sich feine, weisse Nadeln ab, die sich durch ihre sichelförmige Krümmung charakterisiren. Sie sind in Alkohol, Aether sehr leicht löslich und krystallisiren beim Verdampfen unverändert heraus. Im kaltem Wasser lösen sie sich schwierig, leicht dagegen beim Kochen. Die blaue Eisenreaktion liess sich leicht constatiren. Wenn man sie zum Schmelzen erhitzt, entweicht Kohlensäure, und es bildet sich Orcin, das sich leicht durch die von mir angegebene Reaction — grüne Fluorescenz beim Erwärmen mit verdünntem Alkali und Chloroform — erkennen liess. Auch wenn man

die Säure direkt mit Alkali kocht und dann Chloroform zusetzt, tritt diese grüne Fluorescenz, besonders beim Verdünnen ein. —

Schliesslich unterwarf ich die Substanz der Elementaranalyse. Bei 100° C. getrocknet geben 0.248 g 0.108 g Wasser = 0.012 g Wasserstoff oder 3.84 pCt. Wasserstoff und 0.5195 g Kohlensäure = 0.14168 g Kohlenstoff = 57.13 pCt.

	Gefunden		Berechnet
C	57.13 pCt.	C ₈	37.14 pCt.
H	4.84 -	H ₈	4.76 -

Es kann daher kein Zweifel über die Identität mit der von Senhofer und Brunner erhaltenen Pseudoorsellinsäure herrschen.

Die Bildung der Aetherverbindung, welche bei der echten Orsellinsäure bekanntlich so leicht erfolgt, scheint bei der Pseudoorsellinsäure durch Kochen mit Alkohol allein nicht stattzufinden.

Gratz, chemisch-technologisches Laboratorium der technischen Hochschule, den 18. Juli 1880.

401. I. Plöchl: Ueber ein Doppelsalz von ameisensaurem-essigsaurem Blei.

(Eingegangen am 10. August.)

Jüngst hat Hr. Fitz in diesen Berichten¹⁾ eine kurze Mittheilung über Doppelsalze der niederen Fettsäuren mit zwei verschiedenen Basen einerseits und zwei verschiedenen Säureradicalen andererseits gemacht. Von den letzteren erwähnt er drei Doppelsalze: das propionsaure-essigsäure Baryum, das ameisensaure-essigsäure Natrium und das isobuttersaure-essigsäure Baryum, und bemerkt zugleich, dass es ihm nicht gelungen sei, noch andere derartige Doppelsalze mit zwei verschiedenen Säureradicalen darzustellen.

Ich bin nun in der Lage diesen drei Salzen ein viertes hinzuzufügen, welchen schon seiner Zusammensetzung halber, besonders aber aus einem im Nachstehenden angeführten Grunde von einigem Interesse sein dürfte.

Es stellt dieses Salz eine Verbindung von ameisensaurem und essigsäurem Blei vor und zwar nicht in gleichen Molekulargewichtsverhältnissen wie die oben angeführten, sondern in dem Verhältnisse von 1 : 3.

Löst man drei Gewichtstheile essigsäures Blei und ein Gewichtstheil ameisensaures Blei in möglichst wenig heissem Wasser, so krystallisirt nach einigem Stehen der erkalteten Lösung, oder beim Ver-

¹⁾ Diese Berichte XIII, 1315.