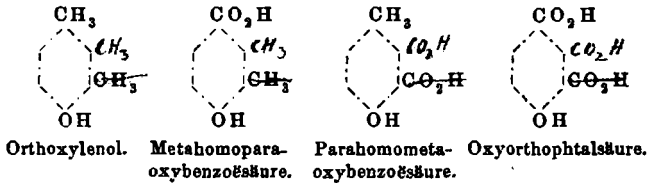


Beim Erhitzen mit Resorcin auf 200° gab die Säure sehr schön die Oxyfluoresceinreaktion.

Sie ist nach alledem zweifellos identisch mit der einzigen bisher bekannten, von Baeyer dargestellten Oxyorthophtalsäure, für welche bereits Schall (XII, 834) die Stellung 1, 2, 4 nachwies, die jetzt durch die Ableitung von der Orthoxylolschwefelsäure eine weitere Bestätigung erfährt.

Die hier indirekt aus dieser Orthoxylolschwefelsäure erhaltenen, als Oxydationsprodukte des Orthoxylenols zu betrachtenden Oxysäuren stehen zu diesem in der aus folgender Zusammenstellung ersichtlichen Weise in Zusammenhang:



10. Oscar Jacobsen: Oxymesitylsäure aus Xylol.

[Mittheilung aus dem chemischen Universitäts-Laboratorium zu Rostock.]

(Eingegangen am 29. Decbr. 1880; verlesen in der Sitzung vom 10. Januar 1881 von Hrn. A. Pinner.)

Die durch Oxydation des Mesitols in der Kalischmelze entstehende Oxymesitylsäure habe ich daran als die Ortho oxymesitylsäure erkannt, dass sie beim Erhitzen mit Salzsäure auf 200° in Kohlensäure und das flüssige (1, 3, 4) Metaxylenol gespalten wird. (XI, 2052.)

Dasselbe Xylenol entsteht auch aus der Oxymesitylsäure durch Einwirkung des geschmolzenen Kaliumhydroxyds in sehr hoher Temperatur. Erhitzt man die Säure mit etwa dem vier- bis fünffachen Gewicht Kaliumhydroxyd schnell auf eine so hohe Temperatur, dass sich die Schmelze in zwei Schichten theilt, so besteht die obere dieser Schichten aus der Kaliumverbindung des flüssigen Metaxylenols.

Es findet also in sehr hoher Temperatur wirklich der Vorgang statt, des dessen Annahme Fittig und Hoogewerff die Entstehung des für ein festes Xylenol gehaltenen Mesitols zu erklären versuchten.

Ich habe, — in der schwachen Hoffnung, endlich einmal einer „Atomverschiebung“ bei der Kalischmelzung zu begegnen, das auf die angegebene Weise bei einer der Rothglühhitze nahen Temperatur

entstandene α -Metaxylenol eingehend untersucht, aber nicht die geringste Verunreinigung mit andern Xylenolen darin entdeckt, sondern das Xylenol ebenso vollständig rein gefunden, wie dasjenige, welches bei 200° durch Salzsäure aus Oxymesitylensäure erhalten wird.

Ueber die nahe Beziehung dieser Oxymesitylensäure zum flüssigen Metaxylenol kann jedenfalls kein Zweifel bestehen. Es liegt indess eine Angabe vor, welche mit derselben in Widerspruch zu stehen scheint und deshalb der Aufklärung bedarf. Wroblewsky nämlich erhielt durch die Kolbe'sche Reaction aus flüssigem Xylenol, welches zweifellos zum weitaus grössten Theil aus dem α -Metaxylenol bestand, seine mit der Oxymesitylensäure isomere, bei 155° (statt 179°) schmelzende und auch in ihren Salzen von jener Säure durchaus abweichende „Xyletinsäure“¹⁾. Eine mit Eisenchlorid sich blau oder violett färbende Phenolsäure, welche nach jener Reaction aus dem flüssigen Metaxylenol entsteht, kann aber bei der Constitution des letzteren keine andre als die Orthoxymesitylensäure sein.

Ich habe nun flüssiges Metaxylenol in bekannter Weise mit Natrium und Kohlensäure behandelt und gefunden, dass in der That jene Oxymesitylensäure sich bildet. Wenn das flüssige Metaxylenol ganz rein war, so ist auch die Oxymesitylensäure von vornherein durch keine Spur einer andern Säure verunreinigt, andernfalls muss sie durch Umkrystallisiren ihres Baryumsalzes gereinigt werden. In den Mutterlaugen bleibt dann in geringer Menge das Baryumsalz einer niedriger schmelzenden Säure. Ich werde diese vermuthliche Oxyxylylsäure später näher untersuchen; vorläufig habe ich mich durch Spaltung derselben mittelst Salzsäure bei 200° überzeugt, dass sich dieselbe nicht von dem α -Metaxylenol, sondern von einem festen Xylenol ableitet.

Die Ausbeute an Oxymesitylensäure aus dem flüssigen Metaxylenol ist eine ganz vorzügliche, namentlich wenn man durch Zusatz eines hochsiedenden Kohlenwasserstoffs das zu baldige Erstarren der Masse verhütet. Da ausserdem die Reindarstellung jenes Xylenols durchaus nicht erforderlich ist, sondern die Oxymesitylensäure durch Krystallisation ihres Baryumsalzes von den aus festen Xylenolen stammenden Nebenprodukten sehr leicht vollständig befreit und deshalb das flüssige Rohxylenol als Ausgangsmaterial verwendet werden kann, so ist diese Methode zur Darstellung grösserer Mengen Orthoxymesitylensäure weitaus die empfehlenswerthe.

1) Zeitschr. f. Chem. 1868, S. 233.