

und mit Salzsäure ausgekocht Carbanilid liefert. Derselbe war bei der geringen Menge, welche mir bis jetzt zur Verfügung stand, von einer Spur eines schwefelhaltigen Produktes (1 pCt. Schwefel) nicht zu befreien. Die Analyse lieferte Zahlen, welche annähernd auf Carboditolylimid stimmen. Die Untersuchung des Körpers ist noch nicht abgeschlossen.

**261. W. Will und O. Bielschowski: Einwirkung von Jodalkylen auf Ditolythioharnstoffe.**

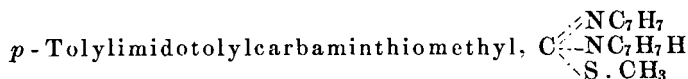
[Aus dem Berl. Univ.-Laborat. CCCCXC.]

(Vorgetragen in der Sitzung am 22. Mai von W. Will.)

(Eingegangen am 3. Juni.)

Die Resultate, welche das Studium der aus Jodalkylen und Thioharnstoffen der Phenylreihe entstehenden Verbindungen ergeben hat<sup>1)</sup>, haben uns veranlasst, die Untersuchung auf die Thioharnstoffe der Tolyreihe und zwar zunächst der Para- und Orthoverbindungen auszudehnen. Es hat sich gezeigt, dass die Einwirkung der in der Phenylreihe beobachteten ganz analog verläuft.

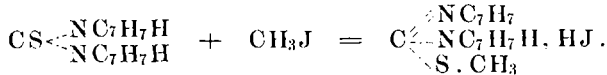
Es bilden sich beim Digeriren der Thioharnstoffe mit den Jodalkylen die halogenwasserstoffsauren Salze schön krystallisirender Basen. Die Methyl- und Aethylbasen spalten beim Erhitzen leicht Mercaptan ab; die Aethylenbasen sind unzersetzt flüchtig. Durch Behandeln mit Schwefelsäure und Schwefelkohlenstoff im Einschlussrohr werden aus den Basen Aether der Tolyrcarbaminthio- und -dithiosäure erhalten, unter denen wieder die Methyl- und Aethyläther leicht in Mercaptan und Tolyrcyanat resp. Tolylsenfölg gespalten werden, während die Aethylenäther unzersetzt flüchtig sind. Tolyldithiocarbaminäthylen vereinigt sich wiederum mit Jodmethyl und bildet damit eine schön krystallisirende Verbindung, die ihrerseits wieder leicht Jodmethyl und Mercaptan abspaltet.



Gleiche Moleküle Paraditolythioharnstoff und Jodmethyl werden auf dem Wasserbade am Rückflusskühler erwärmt, bis das Ganze zu einer harten weissen Krystallmasse, dem jodwasserstoffsauren Salz der Base erstarrt. Dasselbe wird in viel siedendem Wasser gelöst

<sup>1)</sup> W. Will; diese Berichte XIV, 1485 und XV, 338.

und mit überschüssigem Natriumcarbonat gefällt. Die Base wird aus heissem Alkohol umkrystallisirt. Man erhält sie in farblosen Nadeln vom Schmelzpunkt 128°. Die Reaction geht nach folgender Gleichung vor sich:



Die Analyse ergab:

Berechnet für $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{S}$		Gefunden
$\text{C}_{16}$	71.11	71.1
$\text{H}_{18}$	6.67	7.6
$\text{N}_2$	10.37	—
S	11.85	11.93
100.00.		

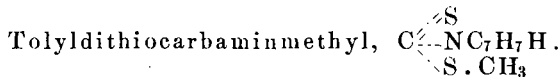
Die Base löst sich leicht in Schwefelsäure, etwas schwerer in Salzsäure. Das salzsaure Salz schmilzt bei 173°.

Ber. für $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{S} \cdot \text{HCl}$		Gefunden
Cl	11.5	11.3 pCt.

Das schwefelsaure Salz schmilzt bei 155—156°.

Ber. für $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{S} \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$		Gefunden
$\text{SO}_3$	21.7	22.5 pCt.

Sie ist unlöslich in Wasser, löst sich schwer in kaltem, leichter in heissem Alkohol, Aether und Benzol. Schon beim Umkrystallisiren macht sich ein deutlicher Mercaptangeruch bemerkbar. Für sich erhitzt spaltet sie Methylmercaptan ab, das durch Ueberführung in seine Quecksilberverbindung identificirt wurde. Im Rückstand bleibt eine dickflüssige Substanz, welche bei hoher Temperatur destillirt werden kann. Sie erstarrt im Kühler zu einer krystallinischen Masse, welche bei 60° schmilzt und ist mit dem früher beschriebenen Carboditolyimid identisch<sup>1)</sup>. Mit Alkali oder Salzsäure übergossen geht dasselbe vollständig in Ditolylharnstoff (Schmelzp. 257°) über. Schon beim Kochen mit alkoholischem Kali spaltet sich Mercaptan ab, indem sich zugleich Ditolylharnstoff bildet. Beim Kochen mit Anilin entsteht Phenyl ditolylguanidin. (Schmelzp. 73°.)



Wird die Methylbase mit Schwefelkohlenstoff (10 g derselben auf 3.2  $\text{CS}_2$ ) drei Stunden auf 150—170° im Einschlussrohr erhitzt und das Reaktionsprodukt, eine zähe, stark nach *p*-Tolylsenföhl riechende Flüssigkeit nach Zusatz von verdünnter Salzsäure mit Wasserdämpfen

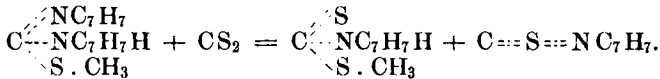
<sup>1)</sup> Diese Berichte XIV, 1485.

destillirt, so bleibt nach Entfernung des Senföls im Rückstand ein bald erstarrendes Oel, das aus verdünntem Alkohol umkrystallisirt wird.

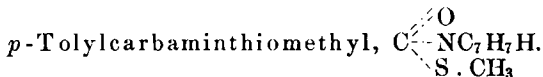
Man erhält schöne Prismen vom Schmelzpunkt 84°, leicht löslich in Alkohol und Aether, unlöslich in Wasser und verdünnten Säuren. In concentrirter Schwefelsäure löst sich die Substanz leicht und fällt auf Wasserzusatz unverändert wieder aus. Sie ist etwas mit Wasserdämpfen flüchtig. Die Analyse ergab:

Ber. für C <sub>9</sub> H <sub>11</sub> NS <sub>2</sub>	Gefunden
S 32.48	33.06 pCt.

Die Reaktion vollzieht sich nach folgender Gleichung:



Beim Erhitzen für sich spaltet sich der Aether in Methylmercaptan und Paratolylsenfö, mit alkoholischem Ammoniak liefert er unter Mercaptanentwicklung Monotolythioharnstoff (Schmp. 188°), mit Tolidin Ditolythioharnstoff (Schmp. 176°), mit alkoholischem Kali und Bleinitrat gekocht scheidet er Schwefelblei aus. In verdünnter, kalter Natronlauge löst sich der Aether auf und wird durch Säuren wieder unverändert gefällt. Hierdurch lässt er sich leicht von etwa noch anhaftendem Senfö trennen. Ammoniakalische Silberlösung fällt aus der alkoholischen Lösung des Aethers ein Silbersalz, das sich sehr leicht in Mercaptansilber und *p*-Tolylsenfö zersetzt.

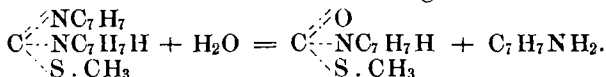


Erhitzt man die Methylbase mit dem vier- bis fünffachen Gewicht 20 procentiger Schwefelsäure 3 Stunden im Einschlussrohr auf 160—180°, so scheidet sich aus der wässrigen Lösung, in welcher neben noch unzersetztem Salz der Methylbase schwefelsaures Tolidin nachgewiesen wurde, eine krystallinische Masse ab. Aus Alkohol umkrystallisirt bildet sie farblose Nadeln vom Schmelzpunkt 107°.

Die Analyse ergab:

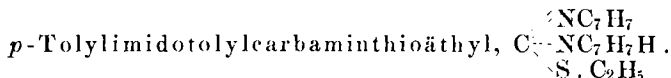
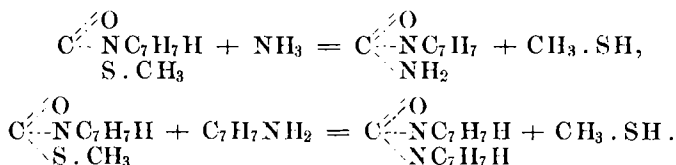
Ber. für C <sub>9</sub> H <sub>11</sub> NSO	Gefunden
S 17.06	17.03 pCt.

Die Reaktion verläuft nach der Gleichung:



Der Körper ist leicht löslich in Alkohol, Aether, Benzol, unlöslich in Wasser und Alkalien. Er giebt beim Erwärmen mit Alkali und Bleinitrat keine Schwefelreaktion, spaltet aber dabei Mercaptan ab.

Beim Kochen mit Ammoniak wird Monotolylharnstoff, mit Toluidin Ditolylharnstoff unter Mercaptanabspaltung gebildet.



Wie Jodmethyl wirkt Jodäthyl auf den *p*-Ditolylthioharnstoff unter Bildung eines Salzes, aus dessen wässriger Lösung die freie Base mit Natriumcarbonat gefällt wird. Sie krystallisirt in farblosen Nadeln vom Schmelzpunkt 87°.

Die Analyse ergab:

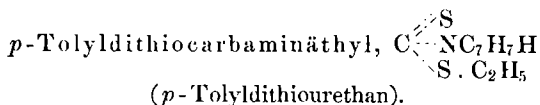
Ber. für C <sub>17</sub> H <sub>20</sub> N <sub>2</sub> S		Gefunden
C <sub>17</sub>	71.83	71.62 pCt.
H <sub>20</sub>	7.04	7.80 »
N <sub>2</sub>	9.86	— »
S	11.27	11.41 »
-----		
100.00		

Die Base bildet mit Schwefelsäure und Salzsäure schön krystallisirende, in Wasser schwer lösliche Salze. Das salzsaure Salz schmilzt bei 180°.

Ber. für C <sub>17</sub> H <sub>20</sub> N <sub>2</sub> S · HCl		Gefunden
Cl	11.07	11.04 pCt.

In ihren Reaktionen zeigt sie sich der beschriebenen Methylbase durchaus analog. Bei der trocknen Destillation spaltet sie sich in Carboditolylimid und Aethylmercaptan.

Sie ist aus diesen beiden Spaltungsprodukten synthetisch dargestellt worden, indem man beide mehrere Tage bei gewöhnlicher Temperatur auf einander einwirken liess. Das Produkt wurde mit verdünnter Salzsäure ausgezogen und aus dem Filtrat die Base mit Alkali gefällt. Sie schmilzt bei 87° und verhält sich genau wie die aus Jodmethyl und *p*-Ditolylthioharnstoff gewonnene Base.

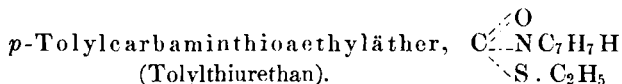


Die Aethylbase wird durch Schwefelkohlenstoff bei 160° im zugeschmolzenen Rohr unter Abspaltung von Paratolylsenföl zersetzt. Das entstandene Urethan kann von dem Senföl entweder durch

Destillation mit Wasserdämpfen getrennt werden, wobei zu berücksichtigen ist, dass auch das Urethan etwas mit Wasserdämpfen flüchtig ist, oder zweckmässiger durch Ausschütteln des Reaktionsproduktes mit ganz verdünntem Alkali und Fällen des Filtrats mit Salzsäure. Man muss rasch arbeiten, weil durch Alkali schon in der Kälte Mercaptan entwickelt wird. Man erhält das Urethan nach einmaligem Umkrystallisiren aus Alkohol rein in bei 74° schmelzenden Nadeln.

Ber. für C <sub>10</sub> H <sub>13</sub> NS <sub>2</sub>	Gefunden
S     30.34	30.70 pCt.

Der Aether ist nicht unzersetzt flüchtig. Er zerfällt beim Erhitzen in Aethylmercaptan und *p*-Tolylsenfö, giebt mit alkoholischer Bleilösung erwärmt Schwefelblei, mit Silber- oder Quecksilberlösung bildet er die betreffenden leicht zersetzlichen Salze und verhält sich auch sonst dem Methyläther in jeder Beziehung analog.



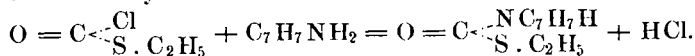
Fünf Gramm der Aethylbase werden mit der etwa fünffachen Menge 20procentiger Schwefelsäure drei Stunden auf 200° erhitzt. Es bildet sich neben schwefelsaurem *p*-Toluidin, das die Röhre mit Krystallblättchen erfüllt, das in Wasser unlösliche Urethan, welches beim Umkrystallisiren aus Alkohol in Nadeln vom Schmelzpunkt 79° erhalten wird.

Die Analyse ergab:

Ber. für C <sub>10</sub> H <sub>13</sub> NSO	Gefunden
S     16.41	16.62 pCt.

Es wird für sich erhitzt in Tolylycyanat und Aethylmercaptan zersetzt, liefert, mit Metallsalzen erwärmt, Niederschläge der betreffenden Mercaptide, giebt mit alkalischer Bleilösung keine Schwefelreaktion.

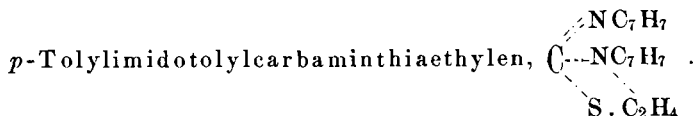
Wir haben das *p*-Tolylurethan synthetisch aus halbgeschwefeltem Chlorkohlensäureäther und *p*-Toluidin dargestellt. Das überschüssige Toluidin wird mit verdünnter Salzsäure ausgezogen, wobei das oben beschriebene Tolylthiurethan zurückbleibt.



Das Urethan ist in Alkali unlöslich, bildet beim Erwärmen mit Jodmethyl und Alkali keinen Methyläther und unterscheidet sich hierdurch von dem von Liebermann<sup>1)</sup> untersuchten isomeren Tolylthiurethan  $\text{S} = \text{C} \begin{array}{l} \diagup \text{N} \text{C}_7\text{H}_7\text{H} \\ \diagdown \text{O} \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$ , welches nach der von Bernthsen<sup>2)</sup> vorgeschlagenen Nomenclatur als *p*-Tolylxanthogenamid zu bezeichnen wäre.

<sup>1)</sup> Annal. 207, p. 121.

<sup>2)</sup> Bernthsen, Annal. 211, p. 96.



*p*-Ditolylthioharnstoff löst sich beim Erwärmen mit Aethylenbromid (gleiche Moleküle) zunächst vollständig auf. Erhitzt man stärker, so entwickelt sich reichlich Bromwasserstoffsäure und aus dem Rückstand wird durch Auskochen mit salzsäurehaltigem Wasser und Fällen des Filtrats mit Natronlauge die Base in Krystallkrusten abgeschieden, welche nach dem Reinigen durch Krystallisation aus siedendem Alkohol in Blättchen vom Schmelzpunkt  $112^\circ$  erhalten werden.

Analyse:

Ber. für $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{S}$		Gefunden
$\text{C}_{17}$	72.34	72.52 pCt.
$\text{H}_{18}$	6.38	7.05 »
$\text{N}_2$	9.93	— »
S	11.35	11.81 »

100.

Die Base wird nur schwer von kaltem, leichter von heissem Alkohol gelöst. Sie ist sehr leicht in Salzsäure und Schwefelsäure löslich. Das salzsaure Salz krystallisirt beim Eindampfen der wässrigen Lösung in wasserfreien Prismen, Schmelzpunkt  $219^\circ$ . Aus der Lösung in Schwefelsäure krystallisirt ein saures Salz ( $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{S} \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ , Schmelzpunkt  $194^\circ$ ).

	Berechnet	Gefunden
$\text{SO}_3$	21.05	21.8 pCt.

Sie ist unzersetzt flüchtig. Durch Kochen mit alkoholischem Ammoniak wird sie nicht verändert. Sie zeichnet sich also gegenüber den beschriebenen Methyl- und Aethylverbindungen durch grosse Beständigkeit aus (siehe die analogen Verbindungen in der Phenylreihe).

Concentrirte Salpetersäure und Brom wirken heftig ein.

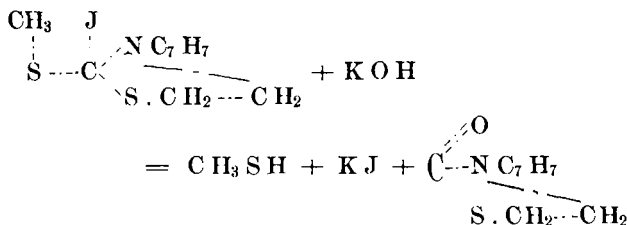


Schwefelkohlenstoff wirkt auf die Base, wenn man sie damit bei einer Temperatur von  $210^\circ$  im Einschlussrohr digerirt. Das Reaktionsprodukt, welches auch bei sehr langem Erhitzen stets noch unzersetzte Base enthält, wird mit Salzsäure versetzt und das gebildete *p*-Tolylsenföf mit Wasserdämpfen übergetrieben. Im Rückstand bleibt das *p*-Tolyldithiocarbaminäthylen als eine dunkel gefärbte Krystallmasse,

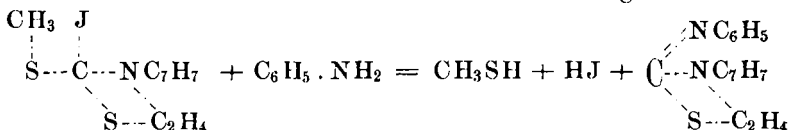
die aus heissem Alkohol unter Zusatz von Thierkohle umkrystallisirt wird. Hierdurch erhält man schwach gelb gefärbte Krystalle vom Schmelzpunkt 126°.

Ber. für C <sub>10</sub> H <sub>11</sub> NS <sub>2</sub>	Gefunden
S 30.62	30.58 pCt.

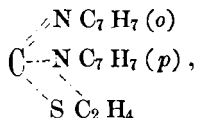
Der Aether ist unlöslich in verdünnten Säuren und Alkalien, löst sich in concentrirter Schwefelsäure ohne Zersetzung. Er destillirt bei hoher Temperatur, giebt mit alkoholischer Bleilösung keine Schwefelreaktion. Dagegen tritt dieselbe sofort bei Zusatz von Natriumamalgam ein. Alkoholisches Kali und alkoholisches Ammoniak wirken beide nicht merklich ein. Mit Jodmethyl (gleiche Moleküle) mässig erwärmt vereinigt sich dasselbe zu einer in Prismen krystallisirenden, bei 107° schmelzenden Verbindung. Dieselbe ist unlöslich in Wasser und Säuren, zersetzt sich sehr leicht schon beim Kochen mit Wasser, schneller bei Anwendung von Alkalien oder Silberoxyd unter Bildung von Mercaptan und Abspaltung von Jod, indem der Aethylenäther der Carbaminthiosäure entsteht.



Ammoniak, Anilin und die Toluidine wirken auf die Jodverbindung, indem die betreffenden Imidgruppen an den Kohlenstoff treten. So bildet sich beim Kochen mit Anilin nach der Gleichung:



ein Phenylimidotolylylcarbaminäthylen, das in schönen, seidenglänzenden Blättchen vom Schmelzpunkt 128° krystallisirt, bei Einwirkung von *p*-Toluidin entsteht das oben beschriebene *p*-Tolyylimidotolylylcarbaminäthylen, mit *o*-Toluidin eine damit isomere Verbindung

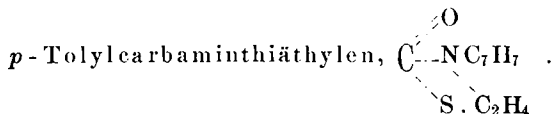


welche bei 82° schmilzt. Alle diese Basen sind unzersetzt flüchtig und liefern schön krystallisirende Salze.

Bei gemässiger Oxydation durch ganz verdünnte Salpetersäure oder durch Kochen mit chromsaurem Kali und Schwefelsäure wird

das eine Schwefelatom durch Sauerstoff ersetzt, indem sich gleichzeitig Schwefelsäure bildet.

Auf diese Weise, wie auch durch Kochen der Jodverbindung mit freien Alkalien, erhält man das



Dasselbe entsteht, ausser auf die vorbeschriebene Methode, wenn die Aethylenbase mit 20procentiger Schwefelsäure auf 200° erhitzt wird.

Es scheidet sich dabei aus der wässrigen Lösung, in welcher neben unzersetzter Base schwefelsaures Toluidin nachgewiesen wurde, als ein Oel aus, das mit Alkohol aufgenommen und fraktionirt mit Wasser gefällt wird. So erhält man die Verbindung krystallisirt in langen, feinen Nadeln, welche bei 88° schmelzen. Sie ist unzersetzt flüchtig, wird durch Kochen mit Alkalien nicht zersetzt und bildet kein Jodmethyladditionsprodukt. Unlöslich in verdünnten Säuren und Alkalien, wird sie von concentrirter Schwefelsäure ohne Zersetzung gelöst und kann durch Wasser unverändert abgeschieden werden.

Die Analyse ergab:

	Ber. für C <sub>10</sub> H <sub>11</sub> NSO	Gefunden
C	62.176	61.830 pCt.
H	5.669	6.30 »

Wie im Vorstehenden in der Parareihe, haben wir die Versuche in der Orthoreihe durchgeführt und die den beschriebenen Körpern analogen Verbindungen dargestellt. Da die Reaktionen ganz ebenso verlaufen, so geben wir hier nur kurz die dargestellten Verbindungen an.

Aus Jodmethyl und *o*-Ditolylthioharnstoff entsteht; *o*-Tolylimidotolylcarbaminthiomethyl,  $\begin{array}{c} \text{N C}_7\text{H}_7\text{H} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{C} \cdots \text{N C}_7\text{H}_7 \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \cdot \text{CH}_3 \end{array}$ , farblose Nadeln.

Schmelzpunkt 60°.

	Ber. für C <sub>16</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> S	Gefunden
C	71.11	71.084 pCt.
H	6.66	6.77 »

Aus Jodäthyl und *o*-Ditolylthioharnstoff entsteht: *o*-Tolylimidotolylcarbaminthioäthyl,  $\begin{array}{c} \text{N C}_7\text{H}_7\text{H} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{C} \cdots \text{N C}_7\text{H}_7 \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \cdot \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$ . Nadeln vom

Schmelzpunkt 51°.

	Ber. für C <sub>17</sub> H <sub>20</sub> N <sub>2</sub> S	Gefunden
C	71.83	71.61 pCt.
H	7.04	7.32 »



Beide Basen zersetzen sich beim Erhitzen in Methyl- resp. in Aethylmercaptan und *o*-Carboditolyimid, eine über 300° destillirende, nicht zum Krystallisiren zu bringende Masse, welche in Benzol leicht löslich ist. Aus dieser Lösung fällt trocknes Salzsäuregas farblose Krystalle des salzsauren Salzes.

Wässrige Salzsäure führt das *o*-Carboditolyimid unter Wärmeentwicklung in *o*-Ditolythioharnstoff (Schmp. 243°) über.

Aus den Basen entstehen beim Erhitzen mit verdünnter Schwefelsäure im zugeschmolzenen Rohr auf 130 — 140° die Aether der *o*-Tolylcarbaminthiosäure.

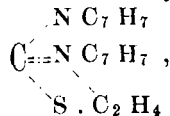
*o*-Tolylcarbaminthiomethyl,  $\text{C}_7\text{H}_7\text{N}(\text{S}\cdot\text{CH}_3)\text{C}(=\text{O})$ , krystallisirt in Blättchen. Schmelzpunkt 70°.

*o*-Tolylthiurethan,  $\text{C}_7\text{H}_7\text{N}(\text{S}\cdot\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}(=\text{O})$ . Glänzende Tafeln. Schmelzpunkt 66°.

Durch Schwefelkohlenstoff werden die Basen bei 160° in *o*-Tolyldithiocarbaminsäureäther verwandelt.

*o*-Tolyldithiurethan,  $\text{C}_7\text{H}_7\text{N}(\text{S}\cdot\text{C}_2\text{H}_5)_2$ , krystallisirt in dicken Prismen. Schmelzpunkt 72°.

Aethylenbromid vereinigt sich mit *o*-Ditolythioharnstoff unter Bromwasserstoffabspaltung zu dem bromwasserstoffsäuren Salz des *o*-Tolylimidotolylcarbaminthioäthylens,

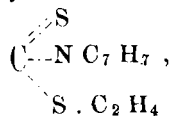


das in glänzenden Blättchen vom Schmelzpunkt 91° krystallisirt.

	Ber. für $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{S}$	Gefunden
C	72.240	71.9 pCt.
H	6.38	6.63 »

Die Base ist unzersetzt flüchtig.

Durch Schwefelkohlenstoff wird sie bei 200° unter Abspaltung von *o*-Tolylsenfö in *o*-Tolyldithiocarbaminäthylen,



übergeführt. Dasselbe schmilzt bei 129°.

	Ber. für $\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{NS}_2$	Gefunden
S	30.62	30.71 pCt.

Es vereinigt sich leicht mit Jodmethyl und bildet damit aus heissem Alkohol in kleinen Prismen sich ausscheidende Krystalle. Schmelzpunkt  $151^{\circ}$ . Diese werden wieder durch Alkali unter Abspaltung von Mercaptan und Jodwasserstoff in das *o*-Tolylcarbamin-

thioäthylen,  $O:::C \begin{array}{l} \nearrow N_7H_7 \\ \searrow S \end{array} \begin{array}{l} \text{---} \\ \text{---} \end{array} \begin{array}{l} \text{---} \\ \text{---} \end{array} \begin{array}{l} \text{---} \\ \text{---} \end{array} CH_2 \text{---} CH_2$ , durch *o*-Toluidin in die ursprüngliche *o*-Aethylenbase verwandelt, verhalten sich also analog der in der Parareihe näher beschriebenen Verbindung.

## 262. W. Roser: Ueber Pyrocinchonsäure und ihre Bildung aus Terpentinöl.

[Aus dem chemischen Institut zu Marburg.]

{(Eingegangen am 2. Juni.)

In diesen Berichten XV. 283 habe ich in einer Anmerkung kurz einer Säure von der Zusammensetzung der Acrylsäure erwähnt, welche ich aus den Oxydationsprodukten des Terpentinöls, wie sie bei der Darstellung der Terebinsäure erhalten werden, gewann. Die weitere Untersuchung derselben legte Beziehungen zu anderen schon bekannten Verbindungen klar, welche wohl eine vorläufige Mittheilung nicht uninteressant machen. —

Zur Darstellung der Säure wurde die Mutterlauge der Terebinsäure, eine dicke, gelbe Masse, welche noch freie Salpetersäure enthielt, der Destillation unterworfen; nach dem Abdestilliren des Wassers und der Salpetersäure schäumt die Masse sehr und unter gleichzeitiger Entwicklung von viel Kohlensäure und etwas Stickoxyd destillirt ein hellgelbes Oel, welches bei guter Kühlung öfter schon in der Kühlröhre krystallisirt. Die Destillation wurde bis zur Erweichung der Retorte fortgesetzt und ziemlich viel Kohle als Rückstand erhalten. Aus dem Destillat, welches aus einer öligen, schweren und einer wässerigen Schicht bestand, werden die in Aether löslichen Bestandtheile vereinigt. Diese wurden mit Natronlauge neutralisirt und die indifferenten Körper durch Ausziehen mit Aether entfernt. Die durch Salzsäure wieder ausgeschiedenen, sauren Produkte wurden sodann der Destillation mit Wasserdämpfen unterworfen, wodurch man die oben erwähnte saure Verbindung im Destillat, zum grossen Theil schön krystallisirt, erhält; durch mehrmaliges Umkrystallisiren aus Wasser wird sie passend gereinigt.

So dargestellt besteht die Verbindung aus grossen, farblosen, weichen, perlmutterglänzenden Blättern; sie sublimirt sehr leicht, langsam sogar schon beim Liegen an der Luft; in kaltem Wasser ist sie