

Diese Verbindung schmilzt bei  $196^{\circ}$  unter Kohlensäureabspaltung und wird von Eisenchloridlösung tief blau gefärbt.

Zur näheren Charakteristik des *m*-Xylorcins sei hier noch erwähnt, dass dasselbe bei  $276-279^{\circ}$  siedet und an ammoniakhaltiger Luft sich nicht verändert. Es krystallisirt aus Chloroform in blendend weissen Krystallen, über die Hr. Dr. Fock mir folgendes mittheilt:

»Krystallsystem monosymmetrisch«.

$$a : b : c = 1.7237 : 1 : ?$$

$$- \quad \beta = 38^{\circ} 21'.$$

Farblose, dünne Blättchen, an denen nur die Basis OP (001) und ein Flächenpaar  $\infty$ P (110) auftraten, so dass eine vollständige Bestimmung der Substanz nicht möglich war.

Die durch Sublimation erhaltenen Krystalle zeigen ganz die gleiche Ausbildung nur mit dem Unterschiede, dass die Blättchen weit dünner und zerbrechlicher sind.

$$110 : \bar{1}\bar{1}\bar{1} = 94^{\circ} 14'$$

$$110 : 001 = 57^{\circ} 54'$$

Spaltbarkeit vollkommen nach der Basis.

Organ. Laboratorium der Technischen Hochschule zu Berlin.

#### 484. Hermann Wende: Ueber eine Carbonsäure des Kreosols.

(Eingegangen am 2. August.)

Da das Kreosol nach der von Kostanecki<sup>1)</sup> aufgestellten Theorie über den Eintritt von Kohlensäure in Phenole, sowie nach speciellen darauf gerichteten Versuchen nicht zu denjenigen Verbindungen gehört, welche beim Kochen mit Hydrocarbonaten in Carbonsäuren übergehen, so erschien es zur Vervollständigung des Materials wünschenswerth, andere Mittel zur Einführung von Kohlensäure in das Kreosol zu versuchen. Hierzu wurde die Methode mittelst Natrium und Kohlensäure, welche bei dem stellungsanalogen Eugenol zum Ziele führt, gewählt.

Als Ausgangsmaterial diente eine Buchenholzkreosotfraction, welche in der Fabrik von Hartmann und Hauers in Hannover auf

<sup>1)</sup> Diese Berichte XVIII, 3202.

den Siedepunkt 219—224° gebracht war und nach mehrfachem Umdestilliren im Laboratorium innerhalb dieser Grenzen constant siedete. In etwa je 50g dieses Materials, welches nach Tiemann und Koppe<sup>1)</sup> aus fast reinem Kreosol besteht, wurden nach und nach 4g Natrium unter beständigem Durchleiten eines Stromes trockener Kohlensäure eingetragen. Die Flüssigkeit erwärmte sich bald von selbst und das Natrium löste sich unter Wasserstoffentwicklung auf, aber nur zum geringen Theil und sehr langsam, weshalb der Process durch zeitweises gelindes Erhitzen beschleunigt wurde. Es trat nun eine lebhaftere Reaction ein, bei der die Flüssigkeit unter starker Erwärmung einen grossblasigen Schaum bildete und schliesslich eine dickliche Beschaffenheit und gelbe Farbe annahm. Das erkaltete Product wurde mit verdünnter Salzsäure übersättigt, das hierbei in Gestalt eines dunkel gefärbten Oeles ausgeschiedene Gemenge von Kreosol und der gebildeten Kreosolcarbonsäure in Aether gelöst und der ätherischen Lösung durch Schütteln mit Sodalösung die Säure entzogen. Beim Versetzen der Sodalösung mit Salzsäure schied sich die neue Säure als Oel ab, das in der Regel erst erstarrte, nachdem es von Neuem mit Aether aufgenommen und letzterer verdampft worden war. Durch Umkrystallisiren aus einem Gemisch von Chloroform und Benzol oder Ligroin wurde die Verbindung rein erhalten.

	Gefunden		Ber. für $C_6H_2(CH_3)(OCH_3)(OH)(COOH)$
	I.	II.	
C	59.83	59.79	59.34 pCt.
H	5.59	5.69	5.40 »

Die Kreosolcarbonsäure krystallisirt in concentrisch gruppirten Nadeln, die bei 180—182° schmelzen, ist schwer löslich in Wasser, fast unlöslich in Benzol und Petroläther, leicht löslich in Alkohol, Aether und Chloroform. Bei vorsichtigem Erhitzen sublimirt sie unzersetzt. Ihre Lösung wird durch Eisenchlorid tief blau gefärbt.

#### Salze der Kreosolcarbonsäure.<sup>2)</sup>

Kreosolcarbonsaures Ammoniak,  $C_9H_9O_4 \cdot NH_4$ . Aus der Lösung der Säure in Ammoniak krystallisirte nach dem Eindampfen das Ammoniumsalz in zu Kugeln vereinigten Nadeln aus.

	Gefunden	Berechnet
N	7.09	7.04 pCt.

<sup>1)</sup> Diese Berichte XIV, 2014.

<sup>2)</sup> Die vorliegenden Salze, mit Ausnahme des Baryumsalzes, verloren beim Trocknen bei 100° zwar an Gewicht, indess konnte ihr event. Krystallwassergehalt nicht mit Genauigkeit festgestellt werden, da gleichzeitig eine geringe Zersetzung der Substanzen erfolgte.

**Kreosolcarbonsaures Kalium**,  $C_9H_9O_4 \cdot K$ . Eine ätherische Lösung der Säure wurde mit einer concentrirten alkoholischen Kalilösung versetzt. Kleine, leicht lösliche Nadeln.

	Gefunden	Berechnet
K	18.02	17.73 pCt.

**Kreosolcarbonsaures Baryum**,  $(C_9H_9O_4)_2Ba$ . Die Säure wurde mit frisch gefälltem, kohlen-sauren Baryt längere Zeit unter Erwärmen digerirt. Beim Eindampfen des Filtrats schied sich das Salz in kleinen, in Wasser ziemlich schwer löslichen Nadeln aus.

	Gefunden	Berechnet
Ba	27.30	27.45 dCt.

**Kreosolcarbonsaures Blei**,  $(C_9H_9O_4)_2Pb$ , fällt als weisses Pulver beim Versetzen der Lösung des Ammoniak-salzes oder der alkoholischen Lösung der Säure mit Bleizuckerlösung.

	Gefunden	Berechnet
Pb	36.12	36.38 pCt.

**Kreosolcarbonsaures Kupfer**,  $(C_9H_9O_4)_2Cu$ . Wie das Bleisalz durch Fällung mit Kupfervitriollösung erhalten, ist es ein gelbes, in trockenem Zustande sehr elektrisches Pulver.

	Gefunden	Berechnet
Cu	15.36	14.92 pCt.

**Kreosolcarbonsäure-Methyläther**,  $C_9H_2(CH_3)(OCH_3)(OH)(COOCH_3)$ . Er wurde durch Sättigen der Lösung der Säure in absolutem Methylalkohol mit Salzsäuregas dargestellt. Nach Verdunsten des überschüssigen Alkohols wurde die zurückbleibende Masse in Aether gelöst und die Aetherlösung, behufs Befreiung des gebildeten Methyläthers von unangegriffener Säure, mit Sodalösung geschüttelt. Das nach Verdunsten des Aethers zurückbleibende Oel besass einen angenehmen Geruch und erstarrte grösstentheils zu wohlausgebildeten Krystallen<sup>1)</sup>, über welche ich Hrn. Dr. Fock nachfolgende Notiz verdanke:

»Rhombisch:

$$a : b : c = 0.5285 : 1 : 0.7334.$$

Beobachtete Formen:

$$OP(001), \infty \check{P} \infty (010), \check{P} \infty (011), P(111).$$

Kleine, farblose Krystalle, anscheinend hexagonale Pyramiden mit der Basis. Die Hemidomenflächen sind ebenso wie die Pinakoide

<sup>1)</sup> Die nicht unbeträchtliche Menge des von den Krystallen abgesaugten Oeles erstarrte auch nach langer Zeit nicht. Dies geschah erst, nachdem sie durch Versetzen mit wenig Kali in die feste Alkaliverbindung übergeführt und diese mit Säure wieder zerlegt worden war. Aus verdünntem Alkohol schoss die Verbindung dann in schönen, glasglänzenden Säulen an, die mit dem obigen Aether in jeder Hinsicht identisch waren (Analyse III).

gut spiegelnd, während die Flächen der Pyramide stets matt und gekrümmt erscheinen.

Beobachtet	Berechnet
011 : 01 $\bar{1}$ = 68° 34'	—
001 : 111 = 57° 30'	—
111 : $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ = circa 47°	46° 24'
011 : 111 = 50° 30'	51° 5'

Spaltbarkeit nicht beobachtet.

Der Methyläther schmilzt bei 92° und giebt mit Eisenchlorid eine blaugrüne Färbung.

	Gefunden			Berechnet
	I.	II.	III.	
C	61.09	60.88	61.04	61.22 pCt.
H	6.31	6.23	6.36	6.12 »

Kreosolcarbonsäure - Aethyläther,  $C_6H_2(CH_3)(OCH_3)(OH)(COOC_2H_5)$ , auf dieselbe Weise wie den Methyläther erhalten, bildet kleine Nadeln oder Prismen, die bei 77° schmelzen.

	Gefunden		Berechnet
	I.	II.	
C	62.23	63.03	62.86 pCt.
H	6.78	6.80	6.67 »

Organisches Laboratorium der technischen Hochschule zu Berlin.

#### 485. C. Liebermann und St. v. Kostanecki: Ueber die Spektre der methylyrten Oxyanthrachinone.

(Eingegangen am 13. August.)

Zur Unterscheidung der Oxyanthrachinone werden bekanntlich die Spektre bald ihrer alkalischen Lösungen, bald der Lösungen in concentrirter Schwefelsäure häufig benutzt. Eine umfassendere Zusammenstellung derselben existirt aber bisher nicht, obwohl eine solche im Hinblick auf die meist vollständig bekannte Constitution dieser Verbindungen wohl von Interesse sein dürfte. In der Absicht, dahingehende Betrachtungen anzuregen und ihnen eine grössere Ausdehnung zu geben, haben wir uns zunächst die Vermehrung des Materials angelegen sein lassen, und es sind demzufolge während des letzten Jahres auf unsere Veranlassung von Praktikanten des diesseitigen