

Auf diese Weise wird die Säure in schönen farblosen Nadeln erhalten, welche bei 240—241° C. schmelzen.

Paraphenylendiessigsäure ist in Alkohol leicht, weniger in Wasser und Aether löslich, bei der Analyse derselben wurden die folgenden Zahlen gefunden:

Ber. für $C_{10}H_{10}O_4$	Gefunden
C 61.86	61.80 pCt.
H 5.15	5.46 »

Auf Zusatz von salpetersaurem Silber zu einer neutralen wässrigen Lösung des Ammoniumsalses fällt das Silbersalz als weisser amorpher Niederschlag aus; nach dem Waschen wird es auf einem Thonteller und dann bei 100° C getrocknet.

Die Silberbestimmung gab folgende Zahlen:

Ber. für $C_{10}H_8Ag_2O_4$	Gefunden
Ag 52.8	52.5 pCt.

0.2 g der reinen Säure wurden eine halbe Stunde in einem Metallbade auf 300—320° erhitzt, hierauf das Product destillirt und das sofort erstarrende Oel auf einem Thonteller mit wenig Aether gewaschen. Die erhaltene Substanz zeigte den Schmelzpunkt der angewandten Säure 240—242° C.

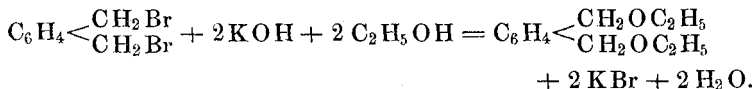
Es ist daher klar, dass auf diese Weise kein Anhydrid gebildet worden ist.

## 10 J. Stanley Kipping: Notiz über die Darstellung von Isophtalsäure.

[Mittheilung aus dem chem. Labor. der Akad. der Wissensch. in München.]  
(Eingegangen am 27. December; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Das bisher angewendete Verfahren zur Darstellung von Isophtalsäure besteht bekanntlich darin, dass man Metaxylole mit Chromsäuremischung oxydirt (Fittig, Velguth, Ann. Chem. Pharm. 148, S. 11). Diese Methode ist jedoch wegen der ausserordentlichen Beständigkeit des Kohlenwasserstoffs mit grossen Schwierigkeiten verknüpft, und selbst durch tagelanges Kochen gelingt es nicht, eine quantitative Ausbeute zu erzielen. Es schien daher von Werth zu sein, eine neue Methode zur Darstellung dieser wichtigen Substanz auszuarbeiten, und ist mir dies, wie folgt, in befriedigendster Weise gelungen.

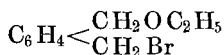
Zunächst wird Metaxylyl bei 125° C. mit Brom behandelt und zwar in dem zur Erzeugung von Xylylenbromid erforderlichen Verhältniss; also 2 Moleküle Brom auf 1 Molekül Metaxylyl. Dann kocht man das rohe Product mit überschüssigem alkoholischem Kali, wobei sich nach folgender Gleichung Metaxylylendiäthyläther bildet:



Wenn man diesen Körper mit Chromsäuremischung in der Kälte oxydirt, so erhält man eine quantitative Ausbeute von Isophtalsäure.

Zunächst wurde jedoch der Aether rein dargestellt und einer Untersuchung unterworfen, da derselbe bis jetzt noch nicht dargestellt ist. Zu diesem Zwecke kochte ich reines Metaxylylenbromid sechs Stunden lang unter Rückflusskühler mit einer Lösung von alkoholischem Kali, die doppelt so viel als die berechnete Quantität Aetzkali enthielt; sodann fügte ich Wasser hinzu und hob das Oel, welches sich ausschied, von der Flüssigkeit ab; es wurde in Aether gelöst, die Lösung gut gewaschen, über Chlorcalcium getrocknet und der Aether abdestillirt, worauf die rohe Substanz in Form eines braunen, dicken Oeles zurückblieb.

Dasselbe enthielt etwas Brom, entweder von unverändertem Metaxylylenbromid oder von einem nach der Formel:



zusammengesetzten Zwischenproduct herrührend; um es fortzubringen, wurde das Product mit Eisessig und Zinkstaub behandelt.

Beim Fractioniren ging sodann fast die ganze Quantität zwischen 235—255° über; nach zweimaligem Wiederholen dieser Operation erhielt ich die Substanz rein in Form eines beweglichen, farblosen Oels, das bei der Analyse folgende Zahlen gab:

Ber. für $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{O}_2$	Gefunden
C 74.23	74.53 pCt.
H 9.28	9.19 »

Es siedet bei 246—248° C. (712 mm uncorr. Druck) und erstartet nicht bei 0° C.; mit dem von Leser (diese Berichte XVII, 1825) dargestellten, bei 247—249° (720 mm Druck) siedenden Orthoxylylendiäthyläther ist es isomer.

Wenn man den Aether zur Darstellung von Isophtalsäure benutzen will, ist es selbstverständlich unnöthig, ihn ganz rein darzustellen; man versetzt vielmehr einfach das Rohproduct der Einwirkung von alkoholischem Kali auf Metaxylylenbromid mit einem Ueberschuss von Kaliumbichromat in einem grossen Kolben und fügt Schwefel-

säure hinzu. Die Reaction verläuft unter starker Erwärmung sehr energisch; wenn man mit grösseren Quantitäten arbeitet, ist es rathsam, die Schwefelsäure allmählich zuzusetzen, da sonst die Flüssigkeit leicht überschäumt.

Nach Beendigung der Oxydation findet sich die Isophtalsäure als weisses sandiges Pulver auf dem Boden des Gefässes; sie wird abfiltrirt und mit Wasser gewaschen. Da es schwierig ist, alle Mutterlauge durch blosses Aussüssen zu entfernen, thut man am besten, die Säure in Natriumcarbonat zu lösen und nach Abfiltriren von Chromoxyd nochmals mit Schwefelsäure zu fällen.

Der Körper ist dann analysenrein, wie die folgenden Zahlen bewiesen.

	Ber. für $C_8H_6O_4$	Gefunden
C	57.77	57.75 pCt.
H	3.61	3.76 »

Jedenfalls ist die im obigen beschriebene Methode der bis jetzt gebräuchlichen weitaus vorzuziehen, denn sie liefert in verhältnissmässig kurzer Zeit aus Metaxylole eine theoretische Ausbeute an Isophtalsäure, während man früher Tage brauchte, um nur wenige Gramm zu erhalten.

Es sei mir gestattet, meinem verehrten Lehrer, Hrn. Prof. Adolf von Baeyer, für die werthvolle Hülfe, die er mir bei der Ausführung dieser Versuche stets entgegenkommen liess, meinen aufrichtigen Dank auszusprechen.

## 11. Alfred Einhorn. Beiträge zur Kenntniss des Cocaïns.

(Eingegangen am 2. Januar; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)  
[Mittheilung aus d. Organ. Labor. d. Kgl. Techn. Hochschule zu Aachen.]

Ueber die Alkylverbindungen des Benzoyleggonins hat zuerst W. Merck<sup>1)</sup> berichtet, welcher dieselben durch circa achtstündiges Erhitzen von Benzoyleggonin mit Jodalkylen und den entsprechenden Alkoholen im Einschmelzrohr auf 100° erhielt. Skraup<sup>2)</sup>, der lediglich die Methylierung studirte, giebt an, dass das Benzoyleggonin durch Digestion mit Jodmethyl und Natriummethylat in methylalkoholischer

<sup>1)</sup> Diese Berichte XVIII, 2764, 2954.

<sup>2)</sup> Wiener Monatshefte für Chemie 1885, 560.