

## 147. Karl Elbs: Erwiderung.

(Eingegangen am 7. März.)

Bei Gelegenheit von Versuchen über die Synthese von substituirten Stilbenen beobachtete ich in einem Falle die Bildung von *p*-Brombenzoësäureäthylester, und da sich in der Literatur keine Angaben über diese Verbindung fanden, so veröffentlichte ich im Rahmen einer anderen Publication einige Daten über diesen Ester im Journal für prakt. Chemie, N. F. 34, 341. Einen Theil meiner Beobachtungen erklärte nun G. Errera in der *Gazetta chim.* 17, 1887, 209—213 in einer ziemlich umfangreichen Arbeit für irrig. Mir schien die Sache von zu geringem Belange, um eine weitere Aeusserung meinerseits zu erfordern; nachdem nun aber in diesen Berichten (XXI, Ref. 86) ein kurzes Referat über Errera's Publication erschienen ist, aus dessen Wortlaut jeder Leser, der die beiden Originalarbeiten nicht kennt, schliessen muss, ich hätte geradezu den *p*-Brombenzoësäureäthylester mit dem *p*-Brombenzyläthyläther verwechselt, so sehe ich mich gezwungen zu beweisen, dass dies durchaus nicht der Fall ist, und ich glaube dies am besten dadurch thun zu können, dass ich hier den betreffenden Abschnitt aus meiner früheren Veröffentlichung im Journal für prakt. Chemie wörtlich wiedergebe.

»Um die Reactionsproducte kennen zu lernen, wurde *p*-Brombenzylbromid in einem Ueberschusse kalt gesättigter alkoholischer Kalilauge gelöst und am Rückflusskühler gekocht; nach 2 Stunden war die Umsetzung vollendet; bei der Destillation mit Wasserdampf blieb ein geringer hellbrauner Rückstand, während eine beträchtliche Menge eines farblosen, in Wasser untersinkenden Oeles mit dem Dampfstrom überging. Das Oel wurde vom Wasser getrennt und fractionirt destillirt; die Hauptmenge siedete bei 235—237°; von da ab erstarrte das Destillat krystallinisch, weshalb das Erwärmen unterbrochen wurde, worauf auch der Rückstand fest wurde; derselbe löste sich leicht in warmem Weingeist und krystallisirte daraus in farblosen Nadeln, welche sich bei qualitativer Prüfung (Schmelzpunkt 69°) als *p*-Brombenzylalkohol erwiesen.

Die Elementaranalyse des Oeles ergab folgende Daten:

Angewendete Substanz 0.3538 g.

Gefunden: 0.6050 g Kohlensäure entsprechend 46.6 pCt. Kohlenstoff.  
0.1488 g Wasser entsprechend 5.6 pCt. Wasserstoff.

Für *p*-Brombenzoësäureäthylester berechnen sich:

47.1 pCt. Kohlenstoff

3.9 » Wasserstoff.

Die Bildung dieses Esters unter den oben besprochenen Bedingungen musste auffallen; man hätte viel eher den

*p*-Brombenzyläthyläther erwarten sollen; derselbe würde aber 50.2 pCt. Kohlenstoff und 5.1 pCt. Wasserstoff enthalten. Um volle Gewissheit zu erlangen, wurde ein Theil des Esters verseift; die so gewonnene Säure schmolz bei 248° (uncorr.), während für *p*-Brombenzoësäure der Schmelzpunkt 251° angegeben ist.«

Durch Vergleich der Eigenschaften des nunmehr von Errera aus *p*-Brombenzoësäure auf dem gewöhnlichen Wege dargestellten reinen *p*-Brombenzoësäureäthylesters mit den genauen Angaben, welche ich über das Verhalten meines damaligen Reactionsproductes gemacht habe, geht mit Sicherheit hervor, dass dasselbe mit *p*-Brombenzyläthyläther und wohl auch mit *p*-Brombenzylalkohol verunreinigt war. Dies konnte der Art der Gewinnung nach gar nicht anders sein, und es ist selbstverständlich, dass eine aus reinem Ausgangsmaterial nach einer bewährten Methode eigens dargestellte Substanz einen höheren Grad der Reinheit haben wird, als eine, welche man bei einer in ganz anderer Absicht ausgeführten Reaction im Gemisch mit mehreren anderen Producten erhält.

Freiburg i. B., den 6. März 1888.

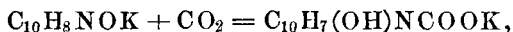
Chemisches Universitätslaboratorium.

#### 148. W. König: Ueber Orthooxychinaldincarbonensäure.

(Eingegangen am 9. März.)

Schmitt und Engelmann<sup>1)</sup> sowie Schmitt und Altschul<sup>2)</sup> haben durch Einwirkung von Kohlensäure auf die Alkalisalze der Chinophenole die *o*- und *p*-Oxychinolincarbonensäure dargestellt. Ebenso glatt verläuft die Reaction bei Anwendung von *o*-Oxychinaldin.

Durch Lösen des nach der Methode von Döbner und Miller aus *o*-Amidophenol, Paraldehyd und Salzsäure hergestellten *o*-Oxychinaldins in der äquivalenten Menge einer titrirten alkoholischen Kalilauge und Verdampfens des Alkohols im Wasserstoffstrom erhält man das *o*-Oxychinaldinkalium als gelbes Pulver. Erhitzt man in einem Autoclaven das trockene Kaliumsalz mit flüssiger Kohlensäure 6—7 Stunden auf 180—190°, so hat es die der Gleichung:



entsprechende Menge Kohlensäure aufgenommen; die gelbe Farbe ist in eine graue übergegangen.

<sup>1)</sup> Diese Berichte XX, 1217.

<sup>2)</sup> Diese Berichte XX, 2695.