

Zur Reindarstellung der Säure löst man das Kaliumsalz in heissem Wasser, filtrirt die Lösung und versetzt sie mit concentrirter Salzsäure im Ueberschuss. Es scheidet sich das salzsaure Salz der *o*-Oxychinaldincarbonsäure aus, das nach dem Absaugen schon durch kaltes Wasser zerlegt wird, die Salzsäure wird abgespalten und die in kaltem Wasser schwer lösliche *o*-Oxychinaldincarbonsäure bleibt zurück. Durch Umkrystallisiren aus heissem Wasser erhält man sie vollständig rein; sie krystallisirt daraus in langen, goldgelben Nadeln mit einem Molekül Wasser.

0.9067 g verloren bei 120° 0.0744 g = 8.20 pCt. Wasser, die Formel $C_{10}H_7(OH)NCOOH + H_2O$ verlangt 8.14 pCt. Wasser. Die Analyse der lufttrockenen Substanz ergab 59.82 pCt. Kohlenstoff, 5.46 pCt. Wasserstoff und 6.67 pCt. Stickstoff, während nach der Theorie 59.72 pCt. Kohlenstoff, 4.97 pCt. Wasserstoff und 6.33 pCt. Stickstoff darin enthalten sind.

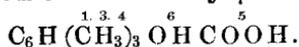
In kaltem Alkohol ist die *o*-Oxychinaldincarbonsäure schwer löslich, leichter in heissem; in Aether ist sie unlöslich. Eisenchlorid erzeugt in der wässrigen Lösung eine kirschrothe Färbung.

Beim Erhitzen auf 120° verliert die Säure das Krystallwasser und färbt sich dabei orange. Bei 207° schmilzt sie und zerfällt in *o*-Oxychinaldin und Kohlensäure.

Mit der weiteren Untersuchung der *o*-Oxychinaldincarbonsäure bin ich beschäftigt.

Dresden. Organisch-chemisches Laboratorium von Professor R. Schmitt am Polytechnikum.

149. C. Krohn: Ueber Oxy- β -isodurylsäure,



(Eingegangen am 9. März.)

Diese Säure bildet sich, sobald Pseudocumenolnatrium mit einem Ueberschuss von flüssiger Kohlensäure auf 170—180° erhitzt wird. Die Ausbeute betrug bei zwei Versuchen etwa $\frac{1}{3}$ des angewandten Cumenols.

Das ψ -Cumenol wurde aus schwefelsaurem Diazo- ψ -cumol dargestellt. Bleibt die wässrige Lösung desselben 2—3 Tage an einem mässig warmen Orte stehen, so scheidet sich das ψ -Cumenol in langen, durch anhaftende Nitroverbindungen gelb gefärbten Nadeln

aus. Zur Reinigung wird dasselbe in Alkohol gelöst, die Lösung mit wenig concentrirter Salzsäure angesäuert und kurze Zeit mit etwas Zinkstaub bis zur Entfärbung gekocht. Nach Zusatz von heissem Wasser zu der filtrirten Lösung bis zur beginnenden Trübung krystallisirt das ψ -Cumenol beim Erkalten schnell aus. Durch Destillation erhält man es dann vollkommen rein.

Das Natriumsalz ist eine weisse, krystallinische Masse, welche selbst bei 210° noch hartnäckig Wasser zurückhält.

Die Oxy- β -isodurylsäure fällt bei Zusatz von Säuren zur wässrigen Lösung ihrer Alkalisalze als schneeweisse Masse aus, die aus lauter feinen Nadeln besteht. Aus Alkohol krystallisirt die Säure in Nadeln, sie schmilzt bei 181°. Wenige Grade über ihren Schmelzpunkt erhitzt, zerfällt die Säure glatt in Kohlensäure und ψ -Cumenol. In den gebräuchlichen organischen Lösungsmitteln ist die Säure schwer löslich, ziemlich leicht jedoch in Aether. Die alkoholische Lösung der Säure wird durch Eisenchlorid dauernd blau gefärbt. Mit den Schwermetallen bildet sie unlösliche amorphe Salze, das Calciumsalz krystallisirt in kleinen Warzen, das Ammoniak — sowie das Kalium — und Natriumsalz in kleinen Nadeln. Die Lösung des Ammoniaksalzes wird durch Eisenchlorid blau gefärbt, die Färbung wird nach einiger Zeit schmutzig blaugrün. Die Analyse der Säure ergab folgende Werthe:

	Berechnet	Gefunden
C	66.66	66.75 pCt.
H	6.66	6.85 »

Die Säure ist isomer mit der von Jacobsen und Schnappauff¹⁾ durch Schmelzen von Durenol mit Aetzkali erhaltenen Oxydurylsäure. Die Jacobsen'sche Säure leitet sich von dem Edler'schen Cumenol²⁾ ab. Sie unterscheidet sich von der Oxy- β -isodurylsäure durch ihre grössere Beständigkeit. Sie lässt sich unzersetzt sublimiren. Die Lösungen dieser Säure werden durch Eisenchlorid vorübergehend blau, die Salzlösungen hingegen schmutzig braun gefärbt.

Einwirkung von Salpetersäure auf Oxy- β -isodurylsäure.

Trägt man die feingepulverte Säure in ein Gemisch von gleichen Theilen Eisessig und concentrirter Salpetersäure ein, so löst sie sich unter lebhafter Kohlensäureentwicklung. Giesst man die Lösung in Wasser, so krystallisiren nach einiger Zeit schwach gelb gefärbte Nadeln aus, die sich durch Schmelzpunkt und durch Analyse als identisch mit dem von Auwers³⁾ durch Nitriren von ψ -Cumenol er-

¹⁾ Diese Berichte XVIII, 2844.

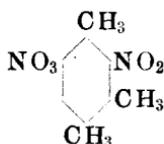
²⁾ Diese Berichte XVIII, 630.

³⁾ Diese Berichte XVII, 2979.

haltenen Nitrat $\text{NO}_3 \cdot \text{C}_9\text{H}_{10}\text{NO}_2$ erwiesen. Die Analyse ergab folgende Werthe:

	Berechnet	Gefunden
C	47.79	47.86 pCt.
H	4.42	4.72 »
N	12.39	12.52 »

Der Körper löst sich, wie auch Auwers angiebt, in Alkalien mit rother Farbe, bei Zusatz von Säuren fällt ein gelbes Harz aus. Bei der Reduction liefert das Nitrat *m*-Amidocumenol. Die Constitution des Körpers ist also folgende:



Die Carboxylgruppe ist daher wohl in die *o*-Stellung zum Hydroxyl getreten. Bei der Nitrirung wird die Carboxylgruppe eliminirt, ähnlich wie bei der Reduction von Trinitropseudocumol die an derselben Stelle befindliche Nitrogruppe unter Bildung von *m*-Pseudocumylen-diamin durch Wasserstoff ersetzt wird.

Mit Ammoniak verwandelt sich das Nitrat in Dinitro- ψ -cumenol. Der Vorgang hat nichts Befremdliches, wenn man sich denselben nach Analogie des Salicylsäureprocesses erklärt. Gerade wie das phenylkohlen-saure Natrium bei höherer Temperatur eine Umlagerung in salicylsäures Natrium erfährt, lagert sich das nitro- ψ -cumenylsal-petersaure Ammoniak bei gewöhnlicher Temperatur unter Bildung von Dinitrocumenol um.

Einwirkung von concentrirter Schwefelsäure auf Oxy- β -isodurylsäure.

Erwärmt man die Lösung der Oxy- β -isodurylsäure in concentrirter Schwefelsäure auf 50—70°, so bildet sich unter lebhafter Kohlen-säureentwicklung die schon von Reuter ¹⁾ beschriebene unbeständige ψ -Cumenolsulfosäure.

Dresden. Organ. chem. Laboratorium des Prof. Schmitt
am Polytechnikum.

¹⁾ Diese Berichte XI, 30.