

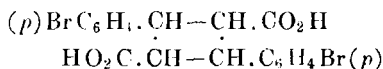
Die therapeutischen Wirkungen der neuen Verbindungen haben wir nicht untersuchen lassen, möchten sie aber der Aufmerksamkeit der medicinischen Fachleute empfehlen. Die Arbeit wird fortgesetzt.

Organisches Laboratorium der Technischen Hochschule zu Berlin.

35. R. Krauss: Ueber Halogensubstitutionsproducte der α - und γ -Truxillsäuren.

(Vorgetragen in der Sitzung von Hrn. C. Liebermann.)

In einer früheren Mittheilung¹⁾ wurde gezeigt, dass beim Bromiren des α -Truxillsäureesters zwei Wasserstoffatome der Truxillsäure durch Brom ersetzt wurden. Es gelang mir, die Constitution dieser Dibrom- α -truxillsäure als:



unzweideutig nachzuweisen, indem die Säure bei der trocknen Destillation *p*-Bromzimmtsäure lieferte, die durch Oxydation mit Permanganat *p*-Brombenzoësäure ergab.

Bei Fortsetzung der Untersuchung habe ich zunächst die Einwirkung von Chlor auf α -Truxillsäureäthylester näher untersucht.

Während beim Bromiren stets glatt Dibromtruxillsäureester entsteht, erhält man beim Chloriren des α -Truxillsäureesters je nach den Versuchsbedingungen verschiedene Substitutionsstufen. Da die niederen sich nicht mit Sicherheit trennen liessen, blieb ich bei den höchstchlorirten, dem Pentachlor- und Hexachlor-Truxillsäureäthylester, welche beide gut charakterisirt sind, stehen. Die Constitution der aus diesen beiden Estern freigemachten Pentachlor- bezw. Hexachlor-Truxillsäure konnte in gleicher Weise ermittelt werden wie bei der Dibrom- α -truxillsäure, indem auch die gechlorten Säuren bei der Destillation zunächst in die drei- (bezw. zwei- und drei-) fach gechlorte Zimmtsäure und diese dann bei der Oxydation in Dichlorbenzoësäure übergehen. Von den 5 bezw. 6 Chloratomen erwiesen sich daher 4 als gleichmässig auf die beiden Benzolkerne vertheilt, während das fünfte und bezw. sechste sich im Tetramethylenring befindet.

Ueber die Stellung der Chloratome im Tetramethylenring (ob α oder β) lässt sich ebenfalls ein Urtheil gewinnen. Ist nämlich die

¹⁾ Diese Berichte 35, 2931 [1902].

aus der Hexachlortraxillsäure durch Spaltung entstehende Trichlorzimmtsäure die α -Säure, $C_6H_3Cl_2.CH:CCl.CO_2H$, so muss bei der Oxydation mit unzureichender Menge Kaliumpermanganat Dichlorbenzaldehyd, $C_6H_3Cl_2.CHO$, als fassbares Zwischenproduct entstehen, während die β -Trichlorzimmtsäure, $C_2H_3Cl_2.CCl:CH.CO_2H$, bei ungenügender Oxydation ohne Bildung von Dichlorbenzaldehyd gleich zur Dichlorbenzoëssäure führen muss.

Um dies festzustellen, oxydirte ich eine Lösung von Trichlorzimmtsäure in etwas überschüssiger Soda in der Kälte mit der nur zur Bildung des Aldehyds genügenden Menge Permanganat. Nach dem Abfiltriren des Braunsteins wurde mehrere Male mit Aether ausgeschüttelt, wobei nichts in diesen überging, während aus der wässrigen Lösung beim Ansäuern mit verdünnter Schwefelsäure Dichlorbenzoëssäure neben noch unveränderter Trichlorzimmtsäure in nahezu theoretischer Ausbeute erhalten wurde. Etwa entstandener Dichlorbenzaldehyd hätte seiner Eigenschaften wegen kaum übersehen werden können. Das Chloratom in der Seitenkette der Trichlorzimmtsäure steht daher in β -Stellung.

Ueber die Stellung der Chloratome im Benzolkern erhält man in folgender Weise Auskunft.

Die erhaltene Dichlorbenzoëssäure war stets die nämliche und schmolz zwischen $156-158^\circ$. Aus folgender Uebersichtstabelle geht hervor, dass in Folge dieses Schmelzpunktes von den sechs möglichen Dichlorbenzoëssäuren vier, nämlich die Säuren unter Nr. 1, 4, 5, 6, von vorne herein ausscheiden.

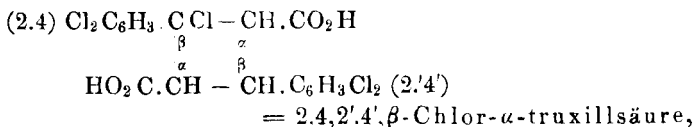
Nr.	Säure	Schmelzpunkt ¹⁾
1	$CO_2H:Cl:Cl = 1:2:3$	$163-166^0$
2	$CO_2H:Cl:Cl = 1:2:4$	$156-160^0$
3	$CO_2H:Cl:Cl = 1:2:5$	$150-156^0$
4	$CO_2H:Cl:Cl = 1:2:6$	$126.5-132^0$
5	$CO_2H:Cl:Cl = 1:3:4$	$200-202^1$
6	$CO_2H:Cl:Cl = 1:3:5$	$182-183^0$

Es kommen also nur Säuren in Betracht, die ein Chloratom in 2 Stellung zur Carboxylgruppe haben. Da nun beim Bromiren die Bromatome in die 4-Stellung treten, so liegt es aus Analogiegründen nahe, dass auch beim Chloriren je ein Chloratom in einen der Benzolkerne in diese 4-Stellung tritt. Dann ergibt sich aus dem Vorstehenden die 2.4-Stellung der Chloratome in der erhaltenen Dichlorbenzoë-

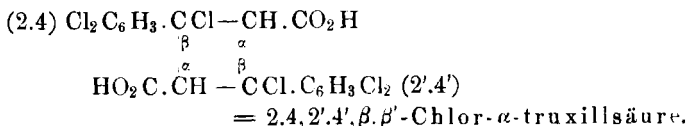
¹⁾ Es sind die niedrigsten und höchsten Schmelzpunkte, die in der Literatur angegeben sind, angeführt.

säure¹⁾, was auch mit dem Schmelzpunkte und den Löslichkeitsverhältnissen der erhaltenen Säure, wie ein Vergleich mit den Angaben von Lellmann und Klotz²⁾ über 2.4-Dichlorbenzoësäure zeigt, am besten und gut übereinstimmt.

Demnach ist die Constitution der Pentachlortruxillsäure:



der Hexachlortruxillsäure:



Auch geht aus diesen Versuchen die Reihenfolge hervor, in der die substituierenden Halogene in die Truxillsäure eintreten. Zuerst werden die 4.4', dann die 2.2'-Wasserstoffatome der Benzolkerne, endlich die beiden β -Wasserstoffatome des Tetramethylenrings ersetzt.

Von Interesse war es, die Halogenwirkung auch auf eine der stereoisomeren Truxillsäuren zu übertragen. Hierfür wurde die γ -Truxillsäure gewählt, welche nach Liebermann³⁾ aus der α -Truxillsäure über das Anhydrid gut darstellbar ist. Beide Säuren und ihre Methylester krystallisiren gut und sind scharf von einander unterschieden. Der γ -Truxillsäuremethylester ergab beim Bromiren einen dem Dibrom- α -truxillsäuremethylester entsprechenden Dibrom- γ -truxillsäuremethylester, der die Kennzeichen der Stereoisomerie mit dem α -Ester noch deutlich zeigt.

Desgleichen ergab der γ -Truxillsäuremethylester beim Chloriren Hexachlor- γ -truxillsäuremethylester.

Dass die aus diesen Estern frei gemachten Dibrom- bzw. Hexachlor- γ -Truxillsäuren mit den entsprechenden Verbindungen der α -Säure in keinem anderen Isomerieverhältnisse als in dem der ursprünglichen Stereoisomerie der beiden halogenfreien Säuren stehen, geht aus Folgendem hervor.

Die Dibrom- bzw. Hexachlor- γ -Truxillsäure liefern nämlich bei der Destillation dieselben brom- bzw. chlor-substituirten Zimmtsäuren wie die Dibrom- bzw. Hexachlor- α -Truxillsäure, nämlich

¹⁾ Carboxyl in 1.

²⁾ Lellmann u. Klotz, Ann. d. Chem. 231, 316 [1885].

³⁾ Diese Berichte 22, 127 [1889].

p-Bromzimmtsäure und 2,4- β -Trichlorzimmtsäure, deren Oxydation natürlich zu denselben Producten wie früher führt.

Experimenteller Theil.

Da bei der γ -Truxillsäure der Methylester der Bromirung unterworfen wurde, bei der α -Truxillsäure aber der Aethylester¹⁾ zur Bromirung gekommen war, habe ich zum Vergleich auch den Dibrom- α -truxillsäuremethylester dargestellt.

Dibrom- α -truxillsäure-dimethylester, $C_{16}H_{12}Br_2(CO_2CH_3)_2$, wird ganz analog wie der entsprechende Aethylester beim Uebergiessen von α -Truxillsäuremethylester mit Brom erhalten. Aus Methylalkohol umkrystallisirt, bildet er feine, weisse Nadelchen vom Schmp. 172^o.

0.1995 g Sbst.: 0.3615 g CO_2 , 0.0660 g H_2O . — 0.1502 g Sbst.: 0.1180 g AgBr.

$C_{20}H_{18}O_4Br_2$. Ber. C 49.78, H 3.77, Br 33.17.
Gef. » 49.42, » 3.71, » 33.43.

Dibrom- α -truxillsäures Silber, $C_{16}H_{12}Br_2(CO_2Ag)_2$, fällt aus der neutralen Lösung des dibrom- α -truxillsäuren Ammoniums mit Silbernitrat als weisser, etwas lichtempfindlicher Niederschlag aus. Substanz bei 120^o getrocknet.

0.1885 g Sbst.: 0.1050 g AgBr.

$C_{18}H_{12}Br_2O_4Ag_2$. Ber. Ag 32.34. Gef. Ag 32.02.

Hexachlor- α -truxillsäureäthylester, $C_{16}H_8Cl_6(CO_2C_2H_5)_2$. 3 g α -Truxillsäureäthylester wurden in einer Glasstöpselflasche in frisch destillirtem Tetrachlorkohlenstoff gelöst und der Lösung 0.8 g Jod zugefügt. Hierauf wurde unter Erwärmen auf 50^o 6 Stunden lang Chlorgas eingeleitet. Nach Beendigung der Reaction wurde der Tetrachlorkohlenstoff im Vacuumexsiccator über Paraffin verdunstet. Der zurückgebliebene Krystallbrei wird mit 25 ccm heissem Alkohol ausgekocht, wobei die Verunreinigungen in Lösung gehen, während der Hexachlor- α -truxillsäureäthylester als auch in heissem Alkohol ziemlich schwer löslich zurückbleibt. Die nun schon ziemlich reinen Krystalle werden zur völligen Reinigung aus Chloroform umkrystallisirt. Schmp. 178^o. Ausbeute 3 g.

0.2050 g Sbst.: 0.3590 g CO_2 , 0.0632 g H_2O . — 0.1561 g Sbst.: 0.2402 g AgCl.

$C_{22}H_{18}O_4Cl_6$. Ber. C 47.25, H 3.22, Cl 38.07.
Gef. » 47.76, » 3.46, » 38.05.

¹⁾ Diese Berichte 35, 2931 [1902].

0.6255 g Sbst.: 24.61 g Chloroform, 0.16° Siedepunktserhöhung
Ber. Mol. 559. Gef. Mol. 581¹⁾.

Hexachlor- α -truxillsäure-dimethylester, $C_{16}H_8Cl_6(CO_2CH_3)_2$ wurde auf gleiche Weise wie der entsprechende Aethylester erhalten, nur muss hier das Einleiten von Chlorgas längere Zeit fortgesetzt werden (8 Stunden für 3 g), da sich dieser Ester schwerer chlorirt.

Der Hexachlor- α -truxillsäuremethylester ist schwer löslich in heissem Methyl- und Aethyl-Alkohol. Aus heissem Eisessig umkrystallisirt, stellt er feine, weisse Nadelchen vom Schmp. 215° dar.

0.2187 g Sbst.: 0.3643 g CO_2 , 0.0560 g H_2O .

$C_{20}H_{14}O_4Cl_6$. Ber. C 45.21, H 2.66.

Gef. » 45.43, » 2.88.

Hexachlor- α -truxillsäure, $C_{16}H_8Cl_6(CO_2H)_2$, durch Verseifen der oben erwähnten Ester mit alkoholischem Kali erhalten. Dabei wird, auch wenn man lange mit alkoholischem Kali kocht, kein Halogen aus der Verbindung herausgenommen, zum Zeichen, dass auch im Tetramethylenkern die Chloratome sehr fest gebunden sind. Dies gilt gleicherweise auch für alle übrigen, unten beschriebenen Truxillsäurederivate. Die Verbindung krystallisirt aus Alkohol beim vorsichtigen Verdünnen mit Wasser in langen Nadeln vom Schmp. 316°. In heissem Alkohol leicht löslich.

0.2192 g Sbst.: 0.3435 g CO_2 , 0.0446 g H_2O . — 0.1576 g Sbst.: 0.2665 g AgCl.

$C_{18}H_{10}O_4Cl_6$. Ber. C 42.95, H 2.01, Cl 42.30.

Gef. » 42.74, » 2.28, » 41.83.

Die Lösung der Säure in Natriumcarbonat reducirt Permanganat nicht.

2.4- β -Trichlorzimmtsäure, (2.4)- $Cl_2C_6H_3.CCl:CH.CO_2H$. Die Destillation wurde unter denselben Versuchsbedingungen, wie für Dibrom- α -truxillsäure angegeben (l. c.), ausgeführt. Die Ausbeute an Trichlorzimmtsäure betrug in Folge der hohen Zersetzungstemperatur im günstigsten Falle 50 pCt. der Theorie. Die Säure krystallisirt aus Alkohol beim Verdünnen mit Wasser in feinen, schwach gelblich gefärbten Nadelchen vom Schmp. 173°.

0.2115 g Sbst.: 0.3308 g CO_2 , 0.0407 g H_2O . — 0.1487 g Sbst.: 0.2545 g AgCl.

¹⁾ Die Molekulargewichtsbestimmung von Dibrom- α -truxillsäurediäthylester ergab gleichfalls die Zahlen für $C_{16}H_{12}Br_2(CO_2C_2H_5)_2$.

0.2582 g Sbst.: 15.01 g $CHCl_3$, Siedep.-Erhöhg. 0,12°

0.3540 g » 17.01 g » » 0.15°

$C_{22}H_{22}O_4Br_2$. Ber. Mol. 510. Gef. Mol. 525, 505.

$C_9H_5O_2Cl_3$. Ber. C 42.96, H 2.01, Cl 42.30.
Gef. » 42.66, » 2.16, » 42.32.

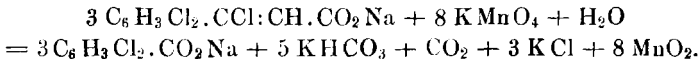
Die Trichlorzimmtsäure ist leicht löslich in Alkohol und Aether, schwerer löslich in Benzol. Ihre Lösung in Soda reducirt Permanganat sofort in der Kälte.

2.4-Dichlorbenzoësäure, (2.4)- $Cl_2C_6H_3.CO_2H$. Zur Oxydation mit Permanganat wurde ein Theil der analysirten Trichlorzimmtsäure in etwas überschüssiger Soda gelöst und mit einem grossen Ueberschuss von 5-procentiger Permanganatlösung 2 Stunden auf dem Wasserbade erhitzt. Nach dem Zerstören des überschüssigen Permanganats und Lösen des Braunsteins mit schwefliger Säure wird die Dichlorbenzoësäure mit verdünnter Schwefelsäure ausgefällt. Das Filtrat wird mehrere Male mit Aether ausgeschüttelt und die in diesen übergegangene Dichlorbenzoësäure mit der ausgefällten vereinigt, wobei man ca. 90 pCt. der Theorie an roher Dichlorbenzoësäure erhält. Die 2.4 Dichlorbenzoësäure ist leicht löslich in allen organischen Lösungsmitteln, auch in heissem Wasser ist sie löslich. Zur Reinigung wurde sie in Benzol gelöst. Nach Verdunsten von etwa $\frac{2}{3}$ des Benzols trennt man die ausgeschiedenen Krystalle von der Mutterlauge durch Filtration und wäscht mit niedrig siedendem Ligroïn aus. Feine Nadeln vom Schmp. 156—158°.

0.1733 g Sbst.: 0.2772 g CO_2 , 0.0335 g H_2O . — 0.1203 g Sbst.: 0.1815 g AgCl.

$C_7H_4O_3Cl_2$. Ber. C 43.99, H 2.12, Cl 37.13.
Gef. » 43.62, » 2.30, » 37.30.

Bei vorsichtigem Erhitzen sublimirt die Säure in feinen Blättchen. Ihre Lösung in Soda reducirt Permanganat nicht mehr. Die Oxydation der 2.4- β -Trichlorzimmtsäure, verläuft wie sich aus den bei der Titration verbrauchten Mengen Permanganat schliessen lässt, nach folgender Gleichung:



Die Titration wurde nach der von Liebermann¹⁾ für die Zimmtsäure angegebenen Vorschrift ausgeführt.

Pentachlor- α -truxillsäureäthylester, $C_{16}H_9Cl_5(CO_2C_2H_5)_2$. 12 g α -Truxillsäureäthylester wurden mit 4 g Jod in Tetrachlorkohlenstoff gelöst und unter Erhitzen auf dem Wasserbade am Rückflusskühler 5 Stunden lang Chlor eingeleitet. Nach Verdunsten des Tetrachlorkohlenstoffs wurde der Krystallbrei mit kaltem Alkohol zerrieben,

¹⁾ Diese Berichte 23, 141 [1890].

wobei die Verunreinigungen in Lösung gingen. Hierauf wurde aus Chloroform umkrystallisirt. Schmp. 142°.

0.1928 g Sbst.: 0.3537 g CO₂, 0.0675 g H₂O. — 0.1322 g Sbst.: 0.1795 g AgCl.

C₂₂H₁₉O₄Cl₅. Ber. C 50.33, H 3.62, Cl 33.84.

Gef. » 50.05, » 3.92, » 33.57.

Der Pentachlor- α -truxillsäureäthylester ist in Alkohol viel leichter löslich als Hexachlor- α -truxillsäureäthylester, auch ist seine Krystallisationsfähigkeit weit geringer.

Pentachlor- α -truxillsäuredimethylester, C₁₆H₉Cl₅(CO₂CH₃)₂, wurde erhalten bei 3-stündigem Einleiten von Chlorgas in eine Lösung von 3 g α -Truxillsäuremethylester und 1 g Jod in Tetrachlorkohlenstoff auf dem Wasserbade. Nach dem Reinigen mit Alkohol und Umkrystallisiren aus Chloroform stellt der Körper feine, weisse Nadelchen vom Schmp. 176° dar. Ausbeute 2 g an reinem Product.

0.2075 g Sbst.: 0.3660 g CO₂, 0.0599 g H₂O. — 0.1168 g Sbst.: 0.1700 g AgCl.

C₂₀H₁₅O₄Cl₅. Ber. C 48.35, H 3.05, Cl 35.71.

Gef. » 48.10, » 3.24, » 35.98.

Der Ester ist leicht löslich in heissem Methyl- und Aethyl-Alkohol.

Pentachlor- α -truxillsäure, C₁₆H₉Cl₅(CO₂H)₂, durch Verseifen obiger Ester mit alkoholischem Kali erhalten. Die Säure krystallisirt aus Alkohol in feinen Nadelchen vom Schmp. 274°.

0.2114 g Sbst.: 0.3554 g CO₂, 0.0471 g H₂O. — 0.1368 g Sbst.: 0.2067 g AgCl.

C₁₈H₁₁O₄Cl₅. Ber. C 46.12, H 2.37, Cl 37.84.

Gef. » 45.85, » 2.49, » 37.36.

Die Pentachlor- α -truxillsäure ist leicht löslich in Alkohol. Ihre Lösung in Soda reducirt Permanganat nicht.

Pentachlortruxillsaures Silber, C₁₆H₉Cl₅(CO₂Ag)₂, aus dem Ammoniumsalz mit Silbernitrat als weisser, lichtempfindlicher Niederschlag erhalten. Substanz bei 120° getrocknet.

0.4238 g Sbst.: 0.1760 g AgCl.

C₁₈H₉O₄Cl₅Ag₂. Ber. Ag 31.65. Gef. Ag 31.26.

Das Destillationsproduct der Pentachlortruxillsäure, ein Gemisch von Dichlor- und Trichlor-Zimmtsäure, wurde in wenig überschüssiger Soda gelöst und mit Permanganat wie oben beschrieben oxydirt. Die so erhaltene Dichlorbenzoëssäure erwies sich in ihren Eigenschaften als identisch mit der aus Hexachlor- α -truxillsäure erhaltenen 2,4-Dichlorbenzoëssäure.

0.1852 g Sbst.: 0.3010 g CO₂, 0.0405 g H₂O. — 0.1128 g Sbst.: 0.1695 g AgCl.

$C_7H_4O_2Cl_2$. Ber. C 43.98, H 2.10, Cl 37.17.

Gef. » 44.33, » 2.45, » 37.15.

Dibrom- γ -truxillsäuredimethylester, $C_{16}H_{12}Br_2(CO_2CH_3)_2$, wurde durch Uebergiessen von γ -Truxillsäuremethylester mit Brom erhalten. Nach zweimaligem Umkrystallisiren aus Methylalkohol schmilzt derselbe bei 163° . Die Ausbeute ist bedeutend besser als bei dem entsprechenden Derivat der α -Truxillsäure; sie beträgt annähernd 90 pCt. der Theorie.

0.2038 g Sbst.: 0.3801 g CO_2 , 0.0748 g H_2O . — 0.1233 g Sbst.: 0.0970 g AgBr.

$C_{20}H_{18}O_4Br_2$. Ber. C 49.78, H 3.77, Br 33.17.

Gef. » 49.41, » 4.00, » 33.48.

Dibrom- γ -truxillsäure, $C_{16}H_{12}Br_2(CO_2H)_2$, aus dem oben erwähnten Ester durch Verseifen mit alkoholischem Kali erhalten. Die Säure krystallisirt aus Alkohol in feinen Nadelchen vom Schmelzpunkt 280° . Sie ist sehr leicht löslich in Alkohol und Aether, ferner auch löslich in heissem Benzol. Ihre Lösung in Soda reducirt Permanganat nicht.

0.1733 g Sbst.: 0.3351 g CO_2 , 0.0610 g H_2O . — 0.1360 g Sbst.: 0.1130 g AgBr.

$C_{18}H_{14}O_2Br_2$. Ber. C 47.58, H 3.03, Br 35.24.

Gef. » 47.28, » 3.54, » 35.36.

Bei der Destillation ergab die Dibrom- γ -truxillsäure *p*-Bromzimmtsäure.

0.1322 g Sbst.: 0.1088 g AgBr.

$C_9H_7O_2Br$. Ber. Br 35.24. Gef. Br 35.02.

Der Methylester der *p*-Bromzimmtsäure krystallisirt in Nadelchen, die bei $79-80^{\circ}$ schmelzen.

0.2095 g Sbst.: 15.92 g $CHCl_3$, 0.21⁰ Siedep.-Erhöh.

0.3516 g » 19.75 g » 0.28⁰ »

$C_{10}H_9O_2Br$. Ber. Mol. 241. Gef. Mol. 229, 233.

Die aus dieser *p*-Bromzimmtsäure durch Oxydation mit Permanganat erhaltene *p*-Brombenzoësäure ergab folgende Analysenzahlen:

0.1953 g Sbst.: 0.2974 g CO_2 , 0.0520 g H_2O . — 0.1697 g Sbst.: 0.1580 g AgBr.

$C_7H_5O_2Br$. Ber. C 41.79, H 2.49, Br 39.80.

Gef. » 41.53, » 2.98, » 39.62.

Hexachlor- γ -truxillsäuredimethylester, $C_{16}H_6Cl_6(CO_2CH_3)_2$, erhält man auf dieselbe Weise wie das entsprechende Derivat der α -Truxillsäure. Der Ester ist im Gegensatz zum Hexachlor- α -truxillsäuremethylester in heissem Methyl- und Aethyl-Alkohol leicht löslich und krystallisirt aus diesen Lösungen in feinen, weissen Nadelchen vom Schmp. $180-182^{\circ}$.

0.1504 g Sbst.: 0.2434 g AgCl.

$C_{20}H_{14}O_4Cl_6$. Ber. Cl 40.07. Gef. Cl 40.01.

Hexachlor- γ -truxillsäure, $C_{16}H_8Cl_6(CO_2H)_2$. Zu ihrer Darstellung wurde der Hexachlor- γ -truxillsäuremethylester verseift. Die Säure krystallisirt aus Alkohol in feinen Nadelchen vom Schmp. 285°.

0.1310 g Sbst.: 0.2249 g AgCl

$C_{18}H_{10}O_4Cl_6$. Ber. Cl 42.30. Gef. Cl 42.45.

Hexachlor- γ -truxillsäure ist leicht löslich in Alkohol und Eisessig, ferner etwas löslich in warmem Benzol. Ihre Lösung in Soda reducirt Permanganat nicht.

Der trocknen Destillation unterworfen, liefert sie die nämliche Trichlorzimmtsäure wie die Hexachlor- α -truxillsäure.

0.2011 g Sbst.: 0.3150 g CO_2 , 0.0470 g H_2O . — 0.1350 g Sbst.: 0.2303 g AgCl.

$C_9H_5O_2Cl_3$. Ber. C 42.96, H 2.01, Cl 42.30.

Gef. » 42.72, » 2.34, » 42.18.

Die durch Oxydation dieser analysirten Trichlorzimmtsäure erhaltene Dichlorbenzoësäure ergab folgende Analysenzahlen:

0.2063 g Sbst.: 0.3290 g CO_2 , 0.0385 g H_2O . — 0.1573 g Sbst.: 0.2379 g AgCl.

$C_7H_4O_2Cl_2$. Ber. C 43.99, H 2.12, Cl 37.17.

Gef. » 43.50, » 2.09, » 37.39.

Die zusammengehörigen Halogenderivate der stereoisomeren α - und γ -Truxillsäuren sind einander im allgemeinen recht ähnlich. Hervorzuheben ist aber, dass die Schmelzpunkte für die entsprechenden Verbindungen der γ -Säure stets niedriger liegen als die der α -Säure, wie aus folgender Tabelle hervorgeht.

No.	Verbindung	Schmelzpunkt	
		α -Säure	γ -Säure
1	Truxillsäure	276°	228°
2	Truxillsäuremethylester	174	128
3	Truxillsäureäthylester	146	98
4	Dibromtruxillsäure	296 ¹⁾	280
5	Dibromtruxillsäuremethylester	172	163
6	Hexachlortruxillsäure	316	285
7	Hexachlortruxillsäuremethylester	215	180—182

Organisches Laboratorium der Technischen Hochschule zu Berlin.

¹⁾ Der Schmelzpunkt der Dibrom- α -truxillsäure war in der früheren Mittheilung zu 260—264° angegeben. Durch sehr häufiges Umkrystallisiren aus Eisessig erhielt ich jetzt den Schmelzpunkt 296°.