

33—34° mit Permanganat in der Kälte behandelt, so entsteht daraus eine Dicarbonsäure von der Formel $C_{12}H_{14}O_4$ (Schmp. 228°). Wir sind mit Versuchen beschäftigt, diese Säuren synthetisch darzustellen, und hoffen darüber, sowie über die übrigen Bestandteile des Curcumaöles bald Genaueres mitteilen zu können.

Basel, Universitätslaboratorium II.

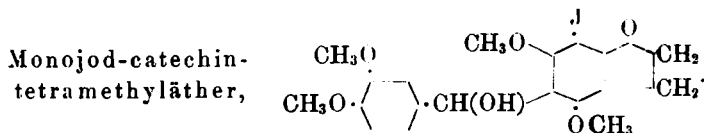
710. St. v. Kostanecki und V. Lampe: Zur Kenntnis des Catechins.

(Eingegangen am 2. Dezember 1907.)

Wir haben bereits betont, daß der Catechintetramethyläther sehr geeignet ist, um die Catechine verschiedener Provenienz zu charakterisieren. Er entsteht in guter Ausbeute beim Methylieren des käuflichen Catechins (Merck) mittels Dimethylsulfat nach der früher angegebenen Vorschrift¹⁾, läßt sich ohne Schwierigkeiten aus Alkohol umkrystallisieren und liefert ein schön krystallisierendes Monobromprodukt²⁾, aus dem sich der Catechintetramethyläther, wie wir jetzt gefunden haben, leicht regenerieren läßt. Kocht man nämlich eine alkoholische Lösung des Monobromcatechintetramethyläthers mit Zinkstaub und Alkali, so wird das Brom eliminiert, und man erhält glatt den Catechintetramethyläther zurück.

$C_{19}H_{22}O_6$. Ber. C 65.89, H 6.35.
Gef. » 65.55, » 6.56.

Mit derselben Leichtigkeit wie der Monobromcatechintetramethyläther läßt sich auch der



darstellen.

In eine Lösung von 5 g Catechintetramethyläther in 200 ccm Alkohol trägt man eine mit etwas Jodsäure versetzte alkoholische

¹⁾ Kostanecki und Tambor, diese Berichte **35**, 1868 [1902].

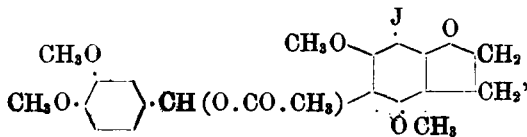
²⁾ Kostanecki und Krembs, diese Berichte **35**, 2410 [1902]. Darstellung des Monobromcatechintetramethyläthers s. Kostanecki und Lampe, diese Berichte **39**, 4011 [1906].

Lösung von 3.5 g Jod ein, filtriert nach wenigen Stunden das in schönen Nadeln abgeschiedene Jodprodukt ab und kristallisiert es mehrmals aus viel Alkohol um. Man erhält so lange, weiße Nadeln, welche bei 192—193° schmelzen und sich bei weiterem Erhitzen über 205° zersetzen. Von reiner, konzentrierter Schwefelsäure werden sie mit gelber Farbe aufgenommen; nach einigem Stehen erscheint diese Lösung violett gefärbt.

$C_{19}H_{21}JO_6$. Ber. C 48.30, H 4.45.
Gef. > 48.19, > 4.87.

Der

Acetyl-monojod-catechintetramethyläther,



kristallisiert aus Alkohol in feinen, zu Rosetten vereinigten Nadeln, welche bei 189° schmelzen.

$C_{21}H_{23}JO_7$. Ber. C 49.08, H 4.47.
Gef. > 49.08, > 4.86.

Aus dem Jodcatechintetramethyläther läßt sich durch Reduktion mit Zinkstaub und Alkali der Catechintetramethyläther ebenso leicht zurückerhalten, wie aus dem entsprechenden Bromprodukte.

Um zu sehen, ob auch bei anderen Phloroglucinderivaten das Halogen sich in gleicher Weise eliminieren läßt, haben wir den bereits von Ciamician und Silber¹⁾ beschriebenen Monobrom-maclurin-pentamethyläther (Monobrom-veratroylphloroglucintrimethyläther) dargestellt und seine alkoholische Lösung mit Zinkstaub und Alkali gekocht. Es resultierte ein bromfreier Körper, der sich bei der Analyse als der von uns vor kurzem durch Reduktion des Maclurin-pentamethyläthers mittels Zinkstaub und Alkali erhaltene Leuko-maclurin-pentamethyläther²⁾ (2.4.6.3'.4'-Pentamethoxy-benzhydrol) erwies.

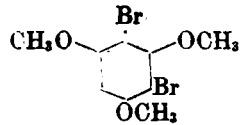
$C_{18}H_{23}O_6$. Ber. C 64.67, H 6.58.
Gef. > 64.81, > 6.94.

Ferner haben wir den Dibromphloroglucintrimethyläther derselben Behandlung unterworfen und, wie zu erwarten war, die glatte Bildung von Phloroglucintrimethyläther konstatiert.

¹⁾ Diese Berichte 25, 1132 [1892]. ²⁾ Diese Berichte 39, 4015 [1906].

Der

Dibrom-phloroglucintrimethyläther,



entsteht durch Bromieren des Phloroglucintrimethyläthers in Eisessig-lösung. Er krystallisiert aus Alkohol in gut ausgebildeten Prismen, welche bei 132—133° schmelzen.

$C_9H_{10}Br_2O_3$. Ber. C 33.13, H 3.07, Br 49.08.

Gef. » 33.21, » 3.83, » 49.24.

Bern, Universitätslaboratorium.

711. J. D'Ans und W. Zeh: Über Rubidium-calcium-sulfate.

[Mitteilung aus dem Chem. Inst. der Technischen Hochschule Darmstadt.]

(Eingegangen am 3. Dezember 1907.)

Nachdem beim Ammoniumsulfat¹⁾ die Darstellung eines dem Kaliumsalz analogen Pentacalciumdoppelsulfats und ferner die eines wasserfreien Dicalciumsalzes gelungen war, wurde versucht, auch dieselben Doppelsulfate zunächst vom Rubidium zu erhalten.

Ein »Syngenit« des Rubidiums ist übrigens bis jetzt auch noch nicht beschrieben. Ditte²⁾ hat nur eine Verbindung der Formel $Rb_2Ca_2(SO_4)_3 \cdot 3H_2O$ dargestellt. Bis jetzt ist die Darstellung dieses Salzes uns nicht geglückt, ebenso wie auch andere Experimentatoren vergeblich das $K_2Ca_2(SO_4)_3 \cdot 3H_2O$ darzustellen versuchten. Wir haben vorläufig den Rubidiumsngenit und das Dicalciumsalz darstellen können. Beide krystallisieren, wie alle Calciumalkalisulfate, ganz vorzüglich und besitzen einen hohen Glanz. Sie mögen hier kurz beschrieben werden. Zur Darstellung des Rubidiumsngenits bringt man in eine 30-prozentige Rb_2SO_4 -Lösung fein verteilten Gips und läßt in der Kälte stehen. Impfen mit etwas des analogen K- oder NH_4 -Salzes befördert die Bildung. Man saugt ab, wenn die mikroskopische Prüfung das Salz als rein erkennen läßt, und wäscht mit etwa 50-prozentigem Alkohol³⁾, dann noch mit Alkohol und Äther aus.

¹⁾ Diese Berichte 40, 192—194 [1907].

²⁾ Compt. rend. 84, 86 [1877].

³⁾ Die Konzentration muß derart gewählt werden, daß durch den verdünnten Alkohol aus der Mutterlauge kein Salz ausgefällt wird.