

versetzte Lösung von 1.5 g Kupfervitriol, 5 g NaBr und 1 g konz. H_2SO_4 in 15 g H_2O , bis die Farbe nicht mehr heller wird, und fügt die Diazonium-Lösung langsam zu der von den Metallspänen, abgegossenen Flüssigkeit. Die bald ausgeschiedenen weißen Nadeln, nach 2-stdg. Stehen abgesaugt, sind reine Dibrom-benzoesäure (1 g). Schmelzpunkt konstant 153^0 (Vorbad $145^{0.45}$).

Zürich, Analyt.-chem. Laborat. des Eidgenöss. Polytechnikums.

406. Hugo Weil und Martin Adler: Über Borsäure-Verbindungen des Brenzcatechins.

[Aus d. Chem. Laborat. Dr. H. Weil, München.]

(Eingegangen am 31. Oktober 1924.)

Die Veröffentlichung von Rosenheim und Vermehren¹⁾ veranlaßt uns, mitzuteilen, daß wir das Kalium- bzw. Ammoniumsalz der dort beschriebenen Brenzcatechin-Borsäure-Verbindung²⁾ schon vor etwa 2 Jahren hergestellt haben³⁾. Die von uns ausgeführte C-, H- bzw. N-Bestimmung hat die Zusammensetzung ergeben, die von den eingangs genannten Autoren durch Bestimmung von B bzw. K bestätigt wird.

Wir haben irgendwelche Schwierigkeiten bei den von uns ausgeführten Analysen dieser Substanzen nicht feststellen können, wenn man sie mit Kupferoxyd, dem etwas Bleichromat beigemischt ist, mischt. Unterläßt man das Mischen, so erhält man allgemein bei borsäure-haltigen Substanzen ebensowenig richtige Werte, als es bei irgendwelchen Substanzen, die geschmolzene oder halbgeschmolzene Aschen hinterlassen, der Fall ist. Wir glauben aber nicht, daß dies durch die Bildung schwer verbrennlicher Carbide veranlaßt wird, sondern die geschmolzenen Rückstände schließen sichtlich kohlige Teile ein und entziehen sie der Einwirkung des Sauerstoffs. Es sind also die gleichen Gründe, die z. B. veranlassen, bei quantitativen Phosphorsäure-Bestimmungen den Phosphat-Niederschlag möglichst vom Filter zu trennen und dieses gesondert zu veraschen.

$C_{12}H_8O_4BK$. Ber. C 54.14, H 3.01. Gef. C 54.25, H 3.21.

$C_{12}H_{12}O_4NB$. Ber. C 58.77, H 4.93, N 5.72. Gef. C 58.81, H 5.27, N 5.80.

Es erscheint uns angebracht, auf einen bemerkenswerten Unterschied der Ent-
stehung von K- bzw. NH_4 -Salz einerseits und Na-Salz andererseits hinzuweisen.

Löst man 1 g Brenzcatechin mit $\frac{1}{3}$ g Borsäure in ca. 40 ccm Wasser und fügt 15 g Chlorkalium oder Chlorammonium hinzu, so erfolgt die Bildung der Salze unter Freiwerden von Salzsäure, die sich durch die eintretende kongo-saure Reaktion zu erkennen gibt (wobei sich ca. 0.2 g der Salze krystallisiert abscheiden). Titriert man die Salzsäure rasch mit $n/10$ -Lauge, so tritt nach ganz kurzer Zeit wieder saure Reaktion ein u. s. f., bis die ganze Menge des Brenzcatechins in die Borsäure-Verbindung übergegangen ist. Bei Anwendung der entsprechenden Natriumverbindungen tritt weder eine kongo-saure Reaktion noch eine Abscheidung der Natriumverbindung ein, obgleich diese in einer Kochsalz-Lösung von der angegebenen Konzentration schwer löslich sein müßte.

⁴⁵⁾ Hübner, A. 222, 107.

¹⁾ B. 57, 1337 [1924]. ²⁾ a. a. O., S. 1341.

³⁾ Inaug.-Dissertat. Martin Adler, Gießen 1923.