

Dodecylaldehyd- γ -chlorpropylen-acetal.

50.4 g Laurinaldehyd werden mit 30 g Epichlorhydrin und 3.5 g Zinntetrachlorid als Katalysator wie die anderen Aldehyde in Tetrachlorkohlenstofflösung umgesetzt. Es werden 41.7 g eines farb- und geruchlosen Öls erhalten, welches sich wie die obigen Acetale verhält. Sdp.₄ 170—179°.

0.3567, 0.3801 g Sbst.: 12.95, 14.00 ccm n_{D}^{10} -Silbernitrat.

C₁₅H₂₉O₂Cl (276.68). Ber. Cl 12.82. Gef. Cl 12.91 bzw. 13.06.

375. Werner Nagel und Willi Walter Mertens: Zur Kenntnis des Schellacks, XI. Mitteil.: Über die Konstitution der Schellolsäure.

[Aus d. Abteil. für Elektrochemie d. Siemens & Halske A.-G.]

(Eingegangen am 6. Oktober 1937.)

Neben der Aleuritinsäure (9.10.16-Trioxypalmitinsäure) wurde bei der alkalischen Hydrolyse von Schellack-Reinharz als zweite Hauptsäure in wohl definierter, einheitlicher und krystallisierter Form die Schellolsäure gefunden¹⁾. Aber während erstere sich in Form ihres Kaliumsalzes aus der Hydrolysierflüssigkeit fast quantitativ abscheidet und nur noch von färbenden Bestandteilen gereinigt zu werden braucht, stellt die Schellolsäure eine etwas komplizierter zu gewinnende Verbindung dar. Das Darstellungsverfahren fußt auf der Wasserlöslichkeit der Bariumsalze und der Krystallisierfähigkeit ihres Methylesters. Diese Tatsache, verbunden mit der Neigung zur Umlagerung, wie sie der Schellolsäure eigen ist, hat die Ansicht entstehen lassen, daß die Existenz der Säure zweifelhaft sei. Wir betonen hier ausdrücklich, daß dies nicht der Fall ist. Die Säure wurde hier im Laboratorium laufend hergestellt; die Aussagen, die über ihre Eigenschaften und ihre Zusammensetzung im Jahre 1922 gemacht worden waren, brauchten nicht geändert oder widerrufen zu werden²⁾. Weiterhin konnte festgestellt werden, daß sich die Säure in etwa gleichbleibenden Mengenverhältnissen (4—6% des Reinharzes) in allen hier untersuchten indischen Stocklacken findet. Es wurden im Jahre 1926 vom Indischen Schellack-Forschungsinstitut Proben von Stock- bzw. Körnerlack genau bekannter Herkunft zur Verfügung gestellt und hier auf Aleuritinsäure und Schellolsäure untersucht; dabei ergab sich, daß Klima (Erntezeit und geographische Lage), Bodenbeschaffenheit und Herkunftspflanze die Zusammensetzung und das Mengenverhältnis der beiden Säuren kaum beeinflussen.

Man könnte nun annehmen, daß bei unserem Isolierungsverfahren, wie wir es im Jahre 1922 angewandt haben, eine Umlagerungsform der Schellolsäure entstanden sei infolge von Abänderungen der Darstellungsweise, wie sie sich beim Nacharbeiten fast immer ergeben; die Behauptung verschiedener Forscher, die von uns angegebene Gewinnungsvorschrift genau befolgt zu

¹⁾ B. 55, 3833 [1922].

²⁾ im übrigen wurde Hrn. A. I. Gibson, Shellac Res. Bureau, London, im Jahre 1936 eine mehrere Gramm betragende Probe Schellolsäure übergeben und neuerdings das Ersuchen an ihn gerichtet, Hrn. W. H. Gardner, Shellac Res. Bureau, New York, darüber Mitteilung zu machen. — Die der vorliegenden Untersuchung zugrunde liegenden Tatsachen wurden an etwa 40 g Material festgestellt, dargestellt wurden bisher etwa 100 g

haben, und die stets unnötig komplizierten Methoden zur Darstellung ähnlicher (offenbar unreiner) Säuren legten diesen Gedankengang von vornherein nahe. Es konnte jedoch immer wieder festgestellt werden, daß unter verschiedenen Darstellungsbedingungen sowohl Menge als Eigenschaften der Schellolsäure erhalten blieben. Allerdings muß hierbei auf die Neigung der Säure zur Isomerisation und zur Kohlensäure-Abspaltung Rücksicht genommen werden. Da die von uns gewählten Darstellungsmethoden letzten Endes immer wieder die Wasserlöslichkeit der Bariumsalze und die Krystallisationsfähigkeit des Methylesters verwenden, scheint gleichwohl hier der Grund für das Versagen anderer Darstellungsweisen zu liegen³⁾.

Darstellungsweise der Schellolsäure.

Wie schon betont, brauchte die im Jahre 1922 gegebene Darstellungsvorschrift nicht abgeändert zu werden. Wenn man auf quantitative Verhältnisse keinen Wert legt, ist die zeitraubende Entfernung der letzten Reste von Aleuritinsäure (es handelt sich nur etwa um 2—3%), die, wie damals angegeben, durch Dialyse oder durch Abscheidung der Zinksalze ermöglicht wurde, überflüssig. Bei den verschiedenen Prozeduren der Darstellung wird ein letzter Rest von Aleuritinsäure sowieso zurückgehalten; die Absorption an Bariumhydroxyd, ihre Schwerlöslichkeit in Äther (beim Ausschütteln der Säuren) sowie die Schwerlöslichkeit ihres Bariumsalzes (beim Aufnehmen des Salzurückstandes mit Wasser) verbürgen schon eine für praktische Zwecke genügende Reinheit der darzustellenden Schellolsäure; es sei aber ausdrücklich festgestellt, daß eine solche Säure für quantitative Untersuchungen oder zur Identifizierung nicht genügt, und in diesen Fällen auch von uns stets nach der alten Methode vorgegangen wurde.

Die Darstellungsweise verkürzt sich also auf folgende Hauptabschnitte:

Extraktion des feingepulverten Schellacks mit Äther. Abscheiden des aleuritinsauren Kaliums durch 24-stdg. Stehenlassen mit 5-n. wäbr. Kalilauge.

Fällen der Säuren des Filtrates mit verd. Schwefelsäure und Ausschütteln der Harzsäuren mit Äther. Überführen der Harzsäuren in die Bariumsalze und Reinigung durch Adsorption an Bariumcarbonat.

Zerlegung der wasserlöslichen Bariumsalze durch verdünnte Schwefelsäure.

Ausschütteln der den Salzen zugrunde liegenden Säuren mit Äther. Verestern der Säuren mit methylalkoholischer Salzsäure.

Hierbei scheidet sich der krystallisierte Methylester der Schellolsäure oft schon während des Eindampfens ab, stets aber nach 1—2-tägigem Stehenlassen. Da er ziemlich schwer löslich in Äther ist, kann er von den ihn begleitenden sirupösen Estern (Schellack-Harzsäuren, deren Zusammensetzung als Oxysäuren im Jahre 1922 kurz gestreift, in einer demnächst erscheinenden Arbeit aber bewiesen wird) durch Anteigen befreit werden. Durch 2-maliges Umkrystallisieren aus Essigester wird er analysenrein erhalten⁴⁾.

Die dem Ester zugrunde liegende Schellolsäure entsteht bei der Verseifung des Esters mit *n*-wäbr. Natronlauge und Zugabe der äquivalenten Menge

³⁾ Schellack-Reinharz wurde mit Natrium-, Kalium- und Lithiumhydroxyd hydrolysiert, mit den verschiedensten Säuren ausgefällt, in die Zink-, Blei-, Silber-, Alkali- und Erdalkalisalze übergeführt und mit methylalkohol. HCl, Diazomethan oder Dimethylsulfat verestert.

⁴⁾ Analysen vergl. B. 55, 3842 [1922].

n-Schwefelsäure. Da die Säure in Wasser nicht unbeträchtlich löslich ist, tut man gut daran, das ganze mit Säure versetzte Verseifungsgemisch im Vakuum einzudunsten und den trocknen Rückstand mit Alkohol auszulaugen.

Eigenschaften, Verhalten und Analysenwerte sind in der Arbeit vom Jahre 1922 angegeben.

An Hand der hier wiedergegebenen Beobachtungen konnte Schellolsäure als eine Dioxy-dicarbonensäure von der Formel $C_{15}H_{20}O_6$ erkannt werden. Wir nannten damals den zugrundeliegenden gesättigten Stammkohlenwasserstoff $C_{13}H_{22}$ Schellan. Schellolsäure war also eine Schellen-diol-disäure. Das Vorhandensein von Doppelbindungen ergab sich nur aus der analytisch ermittelten Zusammensetzung, wenn man nicht das Reagieren mit Ozon als Nachweis ansprechen will. Über den Grundkohlenwasserstoff wurden nur unbestimmte, immer an Hand der Analyse orientierte Vermutungen geäußert, von denen die Ableitung von einem Dreiring-System, dem Pyrenketon, etwas näher diskutiert wurde. Das Vorhandensein von zwei Hydroxylgruppen konnte durch die Acetylierung, die Bildung eines krystallisierten Diphenyldiurethans sowie ihre Reaktion mit Hydroxylreagenzien sichergestellt werden. Die Anwesenheit von zwei Carboxylgruppen wurde erwiesen durch die Analyse verschiedener wohl definierter Salze⁵⁾, die Titration⁶⁾ und die Bildung eines krystallisierten Hydrazids⁶⁾, dem sich kurz nach der Veröffentlichung noch ein Amid von berechneter Zusammensetzung anschloß.

Die Säure neigte zur Zersetzung, Isomerisation und infolgedessen zur Bildung nicht krystallisierender und wenig charakteristischer Derivate.

Der Grundkohlenwasserstoff.

In Anbetracht der im vorigen beschriebenen Eigenschaften der Schellolsäure glaubten wir zur Herstellung des Grundkohlenwasserstoffes von einer Dehydrierung absehen zu müssen. Denn abgesehen von einer dadurch notwendig werdenden Nachprüfung der Ergebnisse auf anderem Wege wollten wir ein so empfindliches Gebilde wie Schellolsäure nicht den Bedingungen einer solchen Reaktion aussetzen. Es wurde daher versucht, nur Reaktionen anzuwenden, bei denen keine Überhitzung bzw. Umlagerung zu erwarten war. Es zeigte sich, daß bei der Einwirkung von Jodwasserstoffsäure sehr geringe Mengen eines Stoffes entstanden, der nach Bildungsweise und Analyse der gesuchte Kohlenwasserstoff $C_{13}H_{20}$ sein mußte. Serienversuche unter geänderten Bedingungen zur Verbesserung der Ausbeute hatten nur beschränkten Erfolg. Immerhin aber gelang es, durch ein Verfahren, das im Versuchsteil näher beschrieben ist, die Ausbeute bis auf etwa 30% d. Th. zu steigern. Der Grund für dieses Verhalten wurde nach endgültig festgestellter Formel der Schellolsäure ermittelt. Wie die meisten Oxysäuren spaltet nämlich diese unter der Einwirkung starker Mineralsäuren bei Anwendung von Hitze und Druck Kohlensäure ab (mittels Phosphorsäure ist es sogar möglich, 100% der den beiden Carboxylgruppen entsprechenden Kohlensäuremenge bei 200° abzuspalten). Der entstehende Alkohol wird von Jodwasserstoffsäure in normaler Weise zum Kohlenwasserstoff reduziert. Nebenher aber läuft eine andere Reaktion, bei der die Jodwasserstoffsäure auf die Hydroxylgruppen der unveränderten Schellolsäure veresternd wirkt; derartige jodsubstituierte

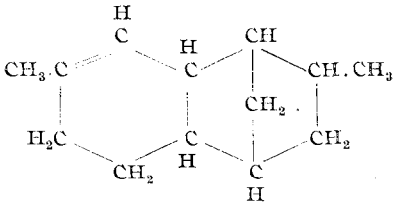
⁵⁾ Zur Kenntnis des Schellacks, VI.: Wissenschaftl. Veröffentl. aus d. Siemens-Konzern 10, 111 [1931].

⁶⁾ B. 55, 3843 [1922].

Säuren spalten indes keine Kohlensäure ab, können also auch nicht ohne weiteres zu dem betreffenden Kohlenwasserstoff reduziert werden.

Dementsprechend verhielten sich auch die Nebensubstanzen, die bei der Jodwasserstoffbehandlung erhalten wurden. Es waren durchweg Säuren (sicher lag ein Gemisch vor, da teilweise Decarboxylierung und teilweise Reduktion der OH-Gruppen möglich war).

Wie bereits erwähnt, ergab sich aus wiederholten Analysen die Zusammensetzung $C_{13}H_{20}$. Die Molekularrefraktion und das spezifische Gewicht sprachen



I. $C_{13}H_{20}$.

für ein Naphthalinderivat, wengleich letzteres für eine bicyclische Verbindung etwas hoch ist. Die für den Kohlenwasserstoff aufgestellte Formel I entspricht dem Verhalten der sich von ihm ableitenden Schelloisäure und ermöglicht seine Zerlegung in Isoprenreste.

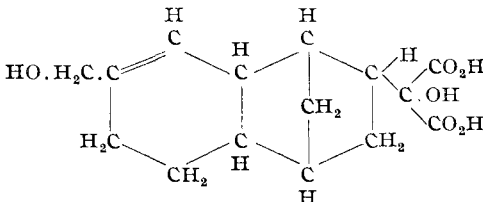
Nachträglich wurde versucht, den Kohlenwasserstoff durch Dehydrierung in ein echtes Naphthalin überzuführen, die Versuche sind jedoch bisher ge-

scheitert, was nicht verwunderlich ist, da die Dehydrierung von Brücken enthaltenden Naphthalinderivaten meistens mißlingt.

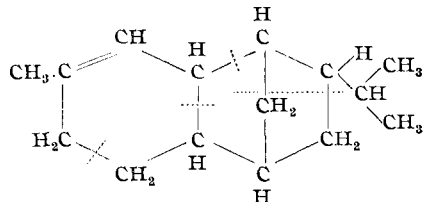
Im Gegensatz zu der Schelloisäure zeigt sich der Kohlenwasserstoff deutlich ungesättigt. Die Begründung, daß die Doppelbindung erst mit dem Verschwinden der Carboxyle und Hydroxyle nachzuweisen ist, wird bei der Diskussion der Formel für Schelloisäure gegeben.

Formel der Schelloisäure. Funktionelle Gruppen und ungesättigte Bindung.

Aus dem vorstehend angeführten Kohlenwasserstoff ergibt sich durch Einführung von zwei OH-Gruppen und zwei CO_2H -Gruppen die Schelloisäure. Dieser kommt daher Formel II zu.



II. $C_{15}H_{20}O_6$.



III. $C_{15}H_{24}$?).

Was zunächst die Stellung der Carboxylgruppen betrifft, so ist diese in der angeführten Formel die wahrscheinlichste. Abgesehen davon, daß beide ihre Entstehung der Oxydation der Isopropylgruppe verdanken, verrät sich der deutlich malonsäureartige Habitus der Schelloisäure durch die Kohlensäure-Abspaltung bei Erhitzen über ihren Schmelzpunkt.

?) Die Zerlegung in Isoprenreste ist durch punktierte Linien erfolgt.

Die ungesättigte Bindung in der Schellolsäure ist verborgen, da das benachbarte Kohlenstoffatom eine OH-Gruppe trägt, und derartige Substanzen bei den Reagenzien, die bei der Schellolsäure anwendbar sind, auf Doppelbindungen nicht ansprechen (Gelbfärbung von Tetranitromethan). Nach Eliminierung der OH-Gruppe fällt jedoch dieser Grund für die Reaktionsfähigkeit der Doppelbindung fort, woraus sich die intensive Braunfärbung des Kohlenwasserstoffes mit Tetranitromethan erklärt.

Nicht unerwähnt soll bleiben, daß die Schellolsäure schon bald nach ihrer Auffindung zu hydrieren versucht worden ist, um so einen indirekten Beweis für das Vorliegen einer Doppelbindung zu erbringen. Es tritt auch ein langsamer Verbrauch von Wasserstoff ein, wenn man unter Zuhilfenahme von Platinmohr in wäßriger Lösung schüttelt, jedoch erscheint dies nicht beweiskräftig, da, wie später gefunden wurde, ein Verbrauch bei der Einwirkung katalytisch erregten Wasserstoffs auf gesättigte hydroaromatische Oxy Säuren auch durch einfache Eliminierung der Hydroxylgruppen bedingt sein kann. Das Hydrierungsprodukt selber war sirupös und offenbar ein Gemisch, das die Abtrennung definierbarer Substanzen nicht erlaubte.

Besondere Schwierigkeiten machte die Ermittlung der Stellung der Hydroxylgruppen. Zwar war es von vornherein unwahrscheinlich, daß diese benachbart waren, da mit Aceton kein cyclisches Acetal erhalten werden konnte (es sei denn, die Hydroxylgruppen befänden sich in *cis-trans*-Stellung zueinander, jedoch konnten für diese Annahme bisher keine Gründe angeführt werden).

Die in der Formel der Schellolsäure angenommene Lage der Hydroxylgruppen ist daher auch keineswegs als sicher zu betrachten. Immerhin sprechen außer den erwähnten Gründen manche Erwägungen dafür, und vor allem lassen sich mehrfach reproduzierte Versuchsergebnisse anscheinend nur mit einer solchen Formulierung in Einklang bringen.

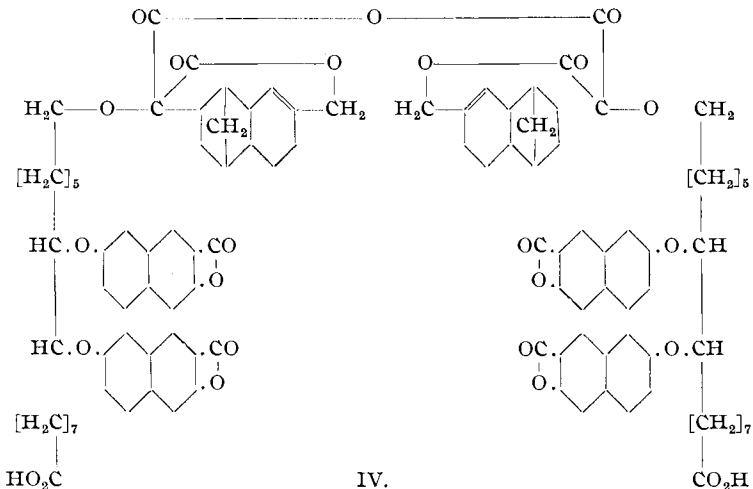
Durch die Einwirkung von Brom auf bicarbonat-alkalische Lösung von Schellolsäure läßt sich nämlich in guter Ausbeute eine Substanz erhalten, die eine einbasische Säure ist, ein Molekül locker gebundenen Wassers enthält und durch Kochen mit überschüssiger Alkalicarbonatlauge in eine bromfreie Dicarbonsäure übergeht. Die mehrfach analysierte einbasische Säure stimmt auf die Formel $C_{15}H_{19}O_6Br$, der wasserfreie Körper auf $C_{15}H_{17}O_6Br$. Es liegt die Annahme nahe, daß es sich um ein bromhaltiges Lacton handelt, das mit einem Molekül Wasser krystallisiert und beim Kochen den Lactonring aufspaltet, aber zugleich unter der Einwirkung der Carbonatlösung das eine in ihm befindliche Atom Brom abspaltet. In Formeln ausgedrückt, würde der Vorgang folgendermaßen aussehen: An Schellolsäure $C_{16}H_{20}O_6$ addieren sich unter Aufrichtung der Doppelbindung zwei Atome Br unter Bildung von $C_{16}H_{20}O_6Br_2$; unter der Einwirkung der Bicarbonatlösung spaltet dieser Körper HBr ab unter Bildung von $C_{16}H_{19}O_6Br$. In dieser Verbindung steht eine Carboxylgruppe zu einer Hydroxylgruppe in einer solchen Stellung, daß Lactonbildung erfolgt. Das abgespaltene Wasser wird als Krystallwasser gebunden: Es bildet sich also $C_{16}H_{17}O_6Br + H_2O$, welche Substanz dann durch Kochen mit Carbonatlösung wieder in die Dicarbonsäure übergeht.

Wie jedoch schon erwähnt, sind gerade über diese Frage noch mehrere aussichtsreiche Arbeiten geplant; ein abschließendes Ergebnis ist aber vor der Hand nicht zu erwarten.

Neben der Aleuritinsäure stellt also die Schellolsäure ein vermutlich rein pflanzliches Produkt dar, das durch Oxydation verändert worden ist. Ob diese Oxydation im Organismus der Pflanze vor sich geht oder in dem der Lackläuse, die den Pflanzensaft aufsaugen, entzieht sich vorläufig unserer Kenntnis. Jedenfalls kann gesagt werden, daß die kristallisierbaren Bestandteile des eigentlichen Schellack-Reinharzes primär aus dem pflanzlichen Organismus stammen und durch den tierischen nur Abänderungen unterliegen, die das Kohlenstoffgerüst nicht wesentlich angreifen.

Schellack-Formel.

Im Jahre 1931 wurde die monomere Formel für Schellack-Reinharz genauer diskutiert⁸⁾. Ihre Aufstellung erfolgte auf Grund des damals vorliegenden experimentellen Materials. Der Schellolsäure wurde hierbei die Formel einer perhydrierten Dioxy-isopropyl-naphthalin-dicarbonsäure zuerteilt, jedoch, wie ausdrücklich festgestellt wurde, nur aus Analogiegründen und um die durch Analysen festgelegte Formel C_{15} festzuhalten. Es ist natürlich nicht schwierig, an ihrer Stelle die detaillierte Strukturformel der Schellolsäure einzuführen, wie dies in Formel IV geschehen ist⁹⁾.



Die Berechtigung, für das Reinharz des Schellacks eine Formel anzugeben, d. h. also die Einheitlichkeit annehmen zu dürfen, leiten wir aus der Tatsache her, daß Schellack-Reinharz im Gegensatz zu den anderen Harzen (Kopale, Bernstein, Dammar, Sandarak usw.) eine durchaus einheitliche Reaktionsweise zeigt. Ferner liegen für die Annahme einer Mischung der einzelnen Komponenten keine Anhaltspunkte vor (freie Aleuritinsäure oder freie Schellolsäure konnte trotz vielfacher Bemühungen, von denen die Veresterung besonders erwähnt sei, nicht nachgewiesen werden, desgleichen

⁸⁾ Wissenschaft. Veröffentl. aus d. Siemens-Konzern 9, 104 [1931].

⁹⁾ daß die HHrn. Harold Weinberger u. Wm. Howlett Gardner bei ihren Untersuchungen zu Stoffen gelangen, die sich in keiner Weise aus der Schellackformel ableiten lassen, ist nicht weiter verwunderlich, da diesen Forschern ja nach ihrer eigenen Angabe die Isolierung von Schellolsäure nicht gelungen ist (Nature and Constitution of Shellac XIV).

kein Harzalkohol, wie er in derartigen Substanzen zu erwarten gewesen wäre und auch früher angenommen worden ist). Dagegen kommen nicht im stöchiometrischen Verhältnis zum Grundkörper stehende färbende Bestandteile vor, die aber ihrer geringen Menge wegen als akzessorische Bestandteile oder Verunreinigungen angesprochen werden können. In der Arbeit aus dem Jahre 1932 wurde weiterhin schon betont, daß es sich bei der Formel nur um die monomere Substanz handelt; eine Verdopplung oder Verdreifachung des Moleküls ist möglich und bei der Neigung des Schellack-Reinharzes zu Aggregationen sogar wahrscheinlich.

Beschreibung der Versuche.

Kohlenwasserstoff $C_{13}H_{20}$.

2 g Schellolsäure werden in 20 ccm Jodwasserstoffsäure (d 1.7) zusammen mit 0.5 g feinst gepulvertem, säurefreiem, trockenem roten Phosphor suspendiert. Einschmelzen im Bombenrohr und 4- bis 5-stdg. Erhitzen auf 160° (Farbe der Jodwasserstoffsäure bei beendeter Reaktion wasserhell). Nach vorsichtigem Öffnen (erheblicher Druck!) läßt sich die Jodwasserstoffsäure von der halbfesten Harzschicht abgießen und für weitere Ansätze verwenden. Lösen der organischen Masse in verd. Kalilauge und mehrmaliges Ausschütteln mit Äther. Trocknen, Eindampfen des letzteren und 6-stdg. Kochen des Rückstands mit Zink und wäßr. Salzsäure unter Rückfluß. Das erhaltene jodfreie Öl wird von schwerer flüchtigen Beimengungen durch eine Wasserdampfdestillation befreit. Aufnehmen des Destillates mit Äther und Fraktionierung unter vermindertem Druck. Ausb. an Kohlenwasserstoff $C_{13}H_{20}$ 0.5 g (30% d. Th.).

5.180 mg Sbst.: 16.815 mg CO_2 , 5.200 mg H_2O .

$C_{13}H_{20}$. Ber. C 88.53, H 11.47. Gef. C 88.53, H 11.24.

$C_{13}H_{22}$. „ „ 87.54, „ 12.45.

$d_{20} = 0.9643$; $n_D^{20} = 1.5189$; MR (ber. $C_{13}H_{20}$) 55.45; gef. 55.16. Siedeanalyse: Vorlauf = 0; 85% gehen bei 246°/748 mm über, der Rückstand restlos bei 247 bis 248°.

Substanz $C_{15}H_{17}O_5Br + H_2O$.

100 mg Schellolsäure und 200 mg Natriumbicarbonat werden in 1—2 ccm Wasser gelöst und Brom-Dampf bis zur einige Zeit anhaltenden Gelbfärbung unter Umschütteln hinzugefügt. Nach dem Ansäuern mit Salzsäure scheiden sich im Verlaufe einiger Stunden Nadeln ab. Die Substanz erweist sich als Säure, die aus viel Wasser (50- bis 100-facher Menge) oder sehr verdünntem Alkohol umkrystallisiert werden kann. Ausb. etwa 80% d. Th.

Leichtlöslich in Äthylalkohol, Essigäther und Chloroform, schwerlöslich in Wasser, Benzol und Äther, unlöslich in Petroläther.

Beim Erhitzen tritt starkes Zusammensintern und teilweises Schmelzen bei 125—128° auf, dann wird die gesamte Masse wieder fest und schmilzt scharf bei 226°. Beim Erhitzen auf 226° wird, wie nachgewiesen wurde, nur Wasser abgegeben.

4.944 mg Sbst.: 8.690 mg CO_2 , 2.250 mg H_2O .

$C_{16}H_{16}O_6Br$. Ber. C 47.99, H 5.11. Gef. C 47.95, H 5.09.

5.234 mg Sbst., bei 100° im Hochvakuum getrocknet, verlieren 0.270 mg H_2O ; für $C_{15}H_{17}O_5Br + 1H_2O$ ber. 0.252 mg H_2O .

4.964 mg Sbst.: 9.130 mg CO_2 , 2.140 mg H_2O .

$C_{16}H_{17}O_5Br$. Ber. C 50.40, H 4.80. Gef. C 50.18, H 4.82.