0.22 g Monobenzoesäureester des Brenzeatechins wurden in 10 ccm Aceton gelöst und mit der Lösung von 0.6 g Fremyschem Salz in 30 ccm Wasser versetzt. Die leicht trübe Mischung zeigte keinen Farbumschlag, auch nicht in der Wärme oder b. Ggw. von Kaliumdihydrogenphosphat. Man isolierte nach 1 Stde. mit Chloroform nur Ausgangs-Material.

Versuch mit Vomiein: 185 mg Vomiein (½ mMol) wurden in 40 ccm warmem Methanol gelöst und mit der Lösung von 0.3 g Kalium-nitrosodisulfonat in 25 ccm Wasser versetzt (Temp. 30°). Da keine Farb-Änderung eintrat, jedoch etwas Vomiein auskristallisierte, wurde dieses mit wenig Essigsäure gelöst (p_H 5.5). Nach Zusatz von etwas Wasser ließ man den Ansatz bei 15° stehen. Erst nach 2 Tagen war die Violettfärbung verschwunden. Die gelbliche, nicht kongosaure Lösung wurde mit Soda alkalisch gemacht und mit Chloroform ausgeschüttelt. Die Chloroform-Lösung hinterließ ein fast farbloses Harz, das mit Methanol zu 80 mg Ausgangs-Material kristallisierte (Misch-Schmp.).

4.5-Dimethyl-o-benzochinon aus 3.4-Dimethyl-phenol: Zu 0.49 g 3.4-Dimethyl-phenol (Schmp. 63°) in 10 ccm Äther wurde die Lösung von 2.8 g Kaliumnitrosodisulfonat in 200 ccm Wasser + 10 ccm n CH₃·CO₂Na hinzugefügt. Der Äther wurde dabei vom Wasser aufgenommen, ohne daß das Xylenol wieder ausfiel. Die rote Lösung wurde nach 1 Stde. 5 mal mit je 100 ccm Äther extrahiert. Die vereinigten, mit Natriumsulfat getrockneten Auszüge ergaben nach Einengen und Tieftemperatur-Kristallisation 0.27 g rote Nadeln, auch Blättehen vom Schmp. 97° (50% d.Th.). Das Chinon wurde dreimal aus Äther in der gleichen Weise umgelöst. Bereits nach der zweiten Umkristallisation lag der Schmelzpunkt konstant bei 102° (entspr. der Lit.-Angabe); getrocknet wurde es bei 20°/1 Torr.

C₈H₈O₂ (136.1) Ber. C 70.54 H 5.93 Gef. C 70.33, 70.89 H 5.86, 6.13

Der Stoff war leicht löslich in Chloroform, Aceton und Alkohol, schwer in Wasser, sehr schwer in Petroläther. Längeres Kochen war beim Umlösen aus Petroläther zu vermeiden; nach 10 Min. fiel ein braunes Produkt vom Schmp. 68—70° aus.

Berichtigung

Jahrg. 86 1953, Heft 7, S. 870, Zeile 21 v. u. lies "vermögen" statt "vermag".

Nachtrag zu Chem. Ber. 86, 525 [1953], Erich Strack, Helmut Röhnert und Irmgard Lorenz: Über die Darstellung von d,l-Carnitin.

In dieser Arbeit ist durch Versehen nicht angeführt worden, daß schon vor M. Tomita, Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 124, 253 [1923], dessen Synthese in die Fachliteratur eingegangen ist, β-Oxy-γ-trimethylamino-buttersäure ähnlich wie von uns von A. Rollett, Hoppe Seyler's Z. physiol. Chem. 69, 60 [1910] (Chlorplatinat: Schmp. 248°), und von R. Engeland, Ber. dtsch. chem. Ges. 43, 2705 [1910] (Chloraurat: Schmp. 145°), dargestellt worden war.