

513. W. Birukoff: Ueber Erythrooxyanthrachinon-carbonsäure.

(Eingegangen am 1. August.)

Das von mir ¹⁾ beschriebene Methylerythrooxyanthrachinon zeigt ein eigenthümliches Verhalten gegen rauchende Schwefelsäure. Wird dasselbe mit der 2—3fachen Menge rauchender Schwefelsäure auf 120° erhitzt, so wird die rothe Lösung unter Schwefligsäureentwicklung braun. Nach Beendigung der Reaction fällt man das Product durch Eingiessen in Wasser, filtrirt nach dem Abkühlen, und krystallisirt den Niederschlag mehrmals aus kochendem Wasser um. Man erhält dabei die Verbindung in schönen langen citronengelben Nadeln, welche unter Gasentwicklung bei 236—238° schmelzen. Die Substanz unterscheidet sich vom Methylerythrooxyanthrachinon dadurch, dass sie in kochendem Wasser leicht und in kaltem Ammoniak spielend löslich ist, während Methylerythrooxyanthrachinon sich in beiden Fällen nur in sehr geringer Menge löst. Mit Baryt- und Kalkwasser giebt sie schwer lösliche Salze. Zuerst glaubte ich eine Sulfosäure des Methylerythrooxyanthrachinons in Händen zu haben, der Körper erwies sich aber als schwefelfrei. Bei der Analyse ergab die Substanz folgende Zahlen:

	Gefunden		Ber. für C ₁₅ H ₈ O ₅
	I.	II.	
C	67.11	66.51	67.16 pCt.
H	—	3.21	2.95 „

Hiernach besitzt die neue Verbindung die Zusammensetzung C₁₅H₈O₅, welche einer Carbonsäure des Erythrooxyanthrachinons zukommt. Die Entstehung einer derartigen Verbindung aus Methylerythrooxyanthrachinon beim Erhitzen mit Schwefelsäure lässt sich so erklären, dass die letztere die Methylgruppe oxydirt, woraus sich auch die Schwefligsäureentwicklung bei der Darstellung der Substanz erklärt. Diese Constitution der neuen Substanz liess sich durch folgenden Versuch beweisen. Erhitzt man nämlich die Erythrooxyanthrachinoncarbonsäure im Paraffinbade, so beginnt gegen 270° die geschmolzene Substanz heftig Blasen zu werfen und Kohlensäuregas zu entwickeln, welches in vorgelegtem Barytwasser einen starken Niederschlag von Baryumcarbonat gab.

Die geschmolzene Masse war hierbei nur in geringem Maasse verkohlt; da sie noch viel von der angewandten Säure unzersetzt erhielt, so wurde sie noch der Sublimation unterworfen. Hierbei ergab

¹⁾ Diese Berichte XX, 2068.

sie schöne citrongelbe Nadeln, welche bei 193° schmolzen, und hienach und nach ihrem Verhalten gegen Ammoniak, Barytwasser etc. Erythrooxyanthrachinon waren. Eine eingehendere Untersuchung gestattete das beschränkte Material nicht.

Organ. Laboratorium der Technischen Hochschule zu Berlin.

514. P. Tust: Ueber Tetrachlorbenzoëssäure und einige Derivate derselben.

(Eingegangen am 1. August.)

Der Besitz einer grösseren Menge Tetrachlorphtalsäure¹⁾ gab Anlass zu dem Versuch, von ihr aus zu einer Tetrachlorbenzoëssäure von bekannter Stellung überzugehen. Der Versuch gelingt leicht in folgender Weise.

Durch Umkrystallisiren gereinigte²⁾ Tetrachlorphtalsäure wird mit ihrem 2—3 fachen Gewicht Eisessig 3—4 Stunden im Rohr auf 300° erhitzt. Beim Oeffnen des erkalteten Rohres entweicht kräftig Kohlensäure. Der Rohrinhalt, welcher meist vollständig krystallinisch erstarrt ist, wird behufs Verjagung des Eisessigs auf dem Wasserbade erhitzt und das gelbliche Product durch mehrmaliges Umkrystallisiren aus siedendem Wasser gereinigt. Die Tetrachlorbenzoëssäure krystallisirt dabei aus, während kleinere Mengen von Tetrachlorphtalsäure in Lösung bleiben.

Tetrachlorbenzoëssäure, $\overset{2.3}{\underset{4.5}{\text{C}_6\text{Cl}_4\text{H} \cdot \text{C O}_2\text{H}}}$, ist in Wasser äusserst schwer löslich, leicht dagegen in Alkohol und Aether. Aus diesen Lösungen, namentlich aus der wässrigen, krystallisirt sie in langen farblosen Nadeln aus. In Ligroïn ist die Tetrachlorbenzoëssäure etwas schwerer löslich, die sich hierbei ausscheidenden Nadeln zeichnen sich jedoch durch hübschen seidenartigen Glanz aus. Der Schmelzpunkt liegt bei 186°C . Bei der Analyse ergab sie:

	Gefunden	Ber. für $\text{C}_6\text{Cl}_4\text{H} \cdot \text{CO}_2\text{H}$
C	32.43	32.30 pCt.
H	1.23	0.76 „
Cl	53.71	54.61 „

¹⁾ Für die freundliche Zuwendung derselben bin ich den Leitern der Fabriques de produits chimiques de Thann et de Mulhouse zu bestem Dank verpflichtet.
Liebermann.

²⁾ Ann. d. Chemie, Bd. 238, S. 318.