

541. Emil Jacobsen und Paul Julius: Ueber ein Condensationsproduct der Zimmtsäure und Gallussäure.

[Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 1. Oktober; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. H. Pinner.)

Die zuerst von Seuberlich zur Darstellung des Anthragallols benutzte Reaction ist in neuerer Zeit zur Darstellung einer grossen Anzahl von Oxyanthrachinonen angewandt worden. Da bei allen diesen Synthesen bisher ausschliesslich Benzoësäure und Oxybenzoësäure angewandt wurden, schien es uns interessant, auch solche einbasische, aromatische Carbonsäuren in das Bereich dieser Untersuchungen zu ziehen, deren Carboxylgruppe nicht direct an einem Kohlenstoffatom des Benzolkernes sitzt.

Wir haben einen solchen Versuch zunächst mit der Zimmtsäure angestellt. Dieselbe vereinigt sich sehr leicht mit einem Molekül Gallussäure, dem wir dem Namen »Styrogallol« geben möchten. Zur Darstellung desselben erhitzt man 10 Theile Zimmtsäure und 17 Theile Gallussäure mit 150 Theilen conc. Schwefelsäure durch 2 bis 3 Stunden im Wasserbade auf 45 bis 55° C. Schon bei 55° C. macht sich schwacher Geruch nach schwefliger Säure bemerkbar und bei 65° bis 70° tritt unter Bildung brauner, amorpher, wasserlöslicher Substanzen und reichlicher Entwicklung von schwefliger Säure vollständige Zerstörung ein. Die tief roth gefärbte Schmelze wird nach dem Erkalten in viel Wasser gegossen, und das ausgeschiedene blassgrün gefärbte, aus mikroskopischen Nadelchen bestehende Pulver abfiltrirt und andauernd mit kochendem, etwas angesäuertem Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen kocht man den Filtrerrückstand mit wenig Alkohol aus und saugt denselben heiss ab; der Rückstand besteht aus fast ganz reinem Styrogallol, das allerdings noch grün gefärbt ist. Mit Ausnahme von kochendem Alkohol, Eisessig und Anilin, worin es schwer löslich ist, wird das Styrogallol von allen anderen neutralen Lösungsmitteln so gut wie gar nicht aufgenommen. Aus den zuerst genannten Lösungsmitteln erhält man es beim Erkalten in Form von hellgelben, mikroskopischen Nadelchen.

Das Styrogallol schmilzt noch nicht bei 350° und sublimirt. fast unzersetzt; man erhält auf diese Weise bei der nötigen Vorsicht schöne, grosse, gelbe, glänzende Nadeln.

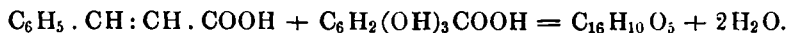
In Alkalien löst sich das Styrogallol mit schön grüner Farbe, die beim Erwärmen durch Blau in Violett und schliesslich Roth übergeht. Concentrirte Schwefelsäure löst mit schön gelbrother Farbe, beim Erwärmen der Lösung entweicht schweflige Säure.

An Stelle von Gallussäure kann zur Darstellung des Styrogallols die entsprechende Menge Tannin verwendet werden. In beiden Fällen beträgt die Ausbeute etwa 90 pCt. der Theorie.

Die Analyse führte für das Styrogallol zur Formel $C_{16}H_{10}O_5$.

	Gefunden	Ber. für $C_{16}H_{10}O_5$
C	68.16	68.08 pCt.
H	3.50	3.54 »
O	—	28.38 »

Es ist daher anzunehmen, dass die Bildung des Styrogallols nach der folgenden Gleichung verläuft:



Indessen kann auch die Akrylsäuregruppe der Zimmtsäure an der Reaction Theil haben und dürfte aus diesem Grunde von der Aufstellung einer Constitutionsformel vorläufig Abstand zu nehmen sein, ehe nicht weitere Untersuchungen angestellt sind.

Bei der Oxydation des Styrogallols mit verdünnter Salpetersäure erhält man reichlich Phtalsäure.

Beim Behandeln mit Essigsäureanhydrid liefert das Styrogallol ein Acetylderivat, das aus Essigsäure umkrystallisirt, blassgelbe Nadelchen darstellt.

Nach einer vorläufigen Analyse scheint ein Triacetylderivat von der Formel $C_{22}H_{16}O_8$ entstanden zu sein.

	Gefunden	Ber. für $C_{22}H_{16}O_8$
C	65.09	64.70 pCt.
H	4.07	3.93 »
O	—	31.37 »

Das Styrogallol ist ein Farbstoff, der mit Beizen, dem Nitroalizarin ähnliche Töne erzeugt. Die Färbungen sind vollkommen seifenecht.

Da äussere Verhältnisse uns an der Fortsetzung dieser Arbeit hindern, so haben wir dieselbe Hrn. St. v. Kostanecki, dessen Arbeitsfeld sich, wie bekannt, auf ähnliche Körper erstreckt hat, überlassen. Wir dürfen wohl im Namen dieses Herrn noch für einige Zeit um alleinige Ueberlassung des fraglichen Arbeitsgebietes bitten.

Berlin, im August 1887.