

0.1717 g Sbst.: 0.2971 g CO_2 , 0.0310 g H_2O . — 0.1676 g Sbst.: 0.2343 g AgCl.

$\text{C}_8\text{H}_4\text{Cl}_2\text{O}_2$. Ber. C 47.31, H 1.97, Cl 34.94.

Gef. » 46.59, » 1.99, » 34.57.

Bei der Terephthalsäure konnte, weil sie in Benzol ja ungemein wenig löslich ist, noch ein Produkt näher untersucht werden, das sich in kleinerer Menge sowohl in dem in Chloracetyl unlöslichen, wie in dem nach dem Verdampfen des Chloracetyls in Ligroin unlöslichen Teil findet. Sie ist in Benzol ziemlich leicht löslich und daraus in Nadelchen krystallisierbar, die über 300° schmelzen. Die Analysen zeigten, daß

Terephthalchloridsäure, $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COCl})\cdot\text{CO}_2\text{H}$,
vorliegt:

0.1387 g Sbst.: 0.2644 g CO_2 , 0.0365 g H_2O . — 0.1229 g Sbst.: 0.0844 g AgCl. — 0.1521 g Sbst. (mit chlorfreiem Alkali zersetzt) gaben: 16.66 % Cl und 0.1304 g Terephthalsäure.

$\text{C}_8\text{H}_5\text{ClO}_3$. Ber. C 52.01, H 2.72, Cl 19.24, Terephthalsäure 90.00.

Gef. » 51.99, » 2.95, » 17.01, 16.66, » 85.70.

Die etwas zu niedrig gefundene Chlorzahl deutet auf eine, wohl durch etwas Luftfeuchtigkeit eingetretene, geringe Zersetzung.

Organ. Laboratorium der Technischen Hochschule zu Berlin.

31. D. Butescu: Über die Oxydation der substituierten Aceanthrenchinone.

(Eingegangen am 7. Januar 1913.)

In diesen Berichten¹⁾ habe ich eine Anzahl substituierter Aceanthrenchinone beschrieben, welche aus substituierten Anthracenen nach der Oxalyl-Methode entstehen. Ich habe jetzt festgestellt, daß sie sich auch bei der Oxydation alle genau wie das Aceanthrenchinon²⁾ selbst verhalten und dabei in die zugehörige substituierte Anthrachinon-carbonsäure übergehen.

Für die Oxydation löst man das substituierte Aceanthrenchinon in seiner 50—60-fachen Gewichtsmenge siedenden Eisessigs und läßt im Laufe von 1—2 Stunden das doppelte Gewicht der Substanz an Chromsäure, die mit wenigen Tropfen Wasser gelöst und dann mit ebensoviel ccm Eisessig verdünnt ist, zu der am aufsteigenden Kühler siedenden Flüssigkeit zufließen. Man verdünnt mit dem 8-fachen

¹⁾ B. 45, 1213 [1912]. ²⁾ B. 44, 208 [1911].

Volumen Wasser und läßt über Nacht auskrystallisieren. Die entstandene Säure läßt sich aus 50 prozentiger Essigsäure umkrystallisieren. So erhielt ich:

β -Methyl-anthrachinon- α -carbonsäure, $C_{14}H_6(CH_3)O_2.CO_2H$, aus β -Methyl-aceanthrenchinon. Hellgelbe, bei 295° schmelzende Nadelchen.

0.1884 g Sbst.: 0.4970 g CO_2 , 0.0690 g H_2O .

$C_{16}H_{10}O_4$. Ber. C 72.18, H 3.76.

Gef. » 71.95, » 4.06.

Die Methyl-anthrachinon-carbonsäure unbekannter Stellung von Wachendorf und Zincke¹⁾ schmilzt bei $244-246^\circ$.

β -Chlor-anthrachinon- α -carbonsäure, $C_{14}H_5ClO_2.CO_2H$, aus β -Chlor-aceanthrenchinon. Gelbe Nadelchen. Schmp. 260° .

0.1387 g Sbst.: 0.3186 g CO_2 , 0.0336 g H_2O . — 0.1860 g Sbst.: 0.0912 g AgCl.

$C_{15}H_7ClO_4$. Ber. C 62.83, H 2.45, Cl 12.39.

Gef. » 62.65, » 2.69, » 12.12.

Mit der β -Chlor-anthrachinon-carbonsäure von Heller und Schülke²⁾, die bei 280° schmilzt, ist diese Säure wohl nicht identisch.

α -Chlor-anthrachinon- α -carbonsäure, $C_{14}H_5ClO_2.CO_2H$, aus dem α -Chlor-aceanthrenchinon. Diese Säure ist in Benzol, Alkohol und Äther viel löslicher als die vorhergehenden Säuren. Aus Essigester krystallisiert sie in Blättchen, die bei 205° schmelzen und in gelben Nadelchen sublimierbar sind. Mit der 1-Chlor-anthrachinon-4-carbonsäure von Heller und Schülke (l. c.), die bei $228-229^\circ$ und der gleichnumerierte von O. Fischer und A. Sapper³⁾, für welche diese den Schmp. $222-223^\circ$ geben, ist sie daher nicht identisch.

0.1636 g Sbst.: 0.3765 g CO_2 , 0.0379 g H_2O .

$C_{15}H_7O_4Cl$. Ber. C 62.83, H 2.46.

Gef. » 62.77, » 2.58.

1.5-Dichlor-anthrachino-4-carbonsäure, $C_{14}H_3Cl_2O_2.CO_2H$, aus 1.5-Dichlor-aceanthrenchinon. Leicht in Aceton, Benzol, Chloroform, schwer in Alkohol und Eisessig löslich. Schmp. 250° .

0.1462 g Sbst.: 0.3008 g CO_2 , 0.0263 g H_2O . — 0.1350 g Sbst.: 0.1201 g AgCl.

$C_{15}H_5O_4Cl_2$. Ber. C 56.07, H 1.87, Cl 22.02.

Gef. » 56.12, » 2.00, » 21.99.

¹⁾ B. 10, 1483 [1877]. ²⁾ B. 41, 3638 [1908]. ³⁾ C. 1911, 1, 1135.

1.8-Dichlor-anthrachinon-5-carbonsäure, $C_{14}H_5Cl_2O_2 \cdot CO_2H$. aus dem entsprechenden Aceanthrenchinon. Gelbe Nadeln, Schmp. 240° .

0.1650 g Sbst.: 0.3418 g CO_2 , 0.0312 g H_2O .

$C_{15}H_6O_4Cl_2$. Ber. C 56.07, H 1.87.

Gef. » 56.29, » 2.10.

Organisches Laboratorium der Techn. Hochschule zu Berlin.

32. C. Liebermann: Zu R. Stoermer und P. Heymanns Abhandlung über die Bestimmung der Konfiguration der stereoisomeren Zimtsäuren.

(Eingegangen am 7. Januar 1913.)

In Nr. 14 dieser Berichte¹⁾ haben Stoermer und Heymann mitgeteilt, daß sie aus gewöhnlicher *o*-Nitrozimtsäure durch Belichtung mit ultravioletten Strahlen die stereoisomere *o*-Nitroallosäure erhalten und deren Konstitution einwandfrei dadurch erwiesen haben, daß diese *o*-Nitro-*allo*-zimtsäure bei der Reduktion glatt in Carbostyryl und nach der Diazotierung und Kochen mit Wasser in Cumarin übergeht.

Stoermer und Heymann finden in diesen Reaktionen mit Recht den Beweis, daß die *allo*-Zimtsäure die ihr von mir zuerteilte *cis*-Form besitzt.

Sonderbarerweise kommen sie aber gleichzeitig zu dem Schluß, daß »auf dem angeführten Wege zum ersten Mal ein Beweis für die Konfiguration der beiden Zimtsäuren erbracht worden« sei, der allerdings »eine Abweichung von der üblichen Auffassung nicht ergeben habe.« Die erstere Schlußfolgerung begründen sie noch damit, daß »nach den Untersuchungen von Liebermann²⁾ bei den beiden nicht substituierten Isomeren die Versuche nicht zu einem eindeutigen Ergebnis geführt haben.«

In den beiden letzteren Punkten kann ich den HHrn. Stoermer und Heymann nicht zustimmen und muß gegen diese Behauptungen Widerspruch erheben, um einer in der chemischen Literatur nicht gerade seltenen, die Sachlage verwirrenden Legendenbildung vorzubeugen.

In meiner vorzitierten Abhandlung handelt es sich um die Bildung von Truxon beim Behandeln von *allo*-Zimtsäure mit konzentrierter Schwefelsäure. Als ich den Versuch dann mit Zimtsäure

¹⁾ B. 45, 3099 [1912].

²⁾ B. 31, 2095 [1898].