

dunkel gefärbt war, kaum ein Viertel des verwendeten Brenzkatechins erreichte.

Bei näherer Prüfung dieser erhaltenen Carbonsäure konnte ich mit Hilfe der Eisenreaktion Protokatechusäure nicht auffinden, sondern ich erhielt immer auch bei Prüfung verschiedener durch Umkristallisieren gewonnener Fraktionen eine rein blaue Eisenreaktion, die nach Miller der Brenzkatechinorthocarbonsäure zukommt.

Die Versuche mit Glycerin und Kaliumbicarbonat ergaben ein Resultat, das mit der Erfahrung, die ich bei Behandlung des Brenzkatechins mit Ammoniumcarbonat nach Miller's Vorschrift erhalten hatte, übereinstimmte. Auch hier konnte ich keine Protokatechusäure nachweisen, wohl aber erkennen, daß bei Einhaltung des folgenden Verfahrens die Ausbeute an Carbonsäure, die fast rein erhalten wurde, zirka 50% betrug.

In einer Kupferflasche wurden auf 2 Teile Glycerin 1 Teil Brenzkatechin gebracht, die Mischung schwach erwärmt und 2 Teile fein gepulvertes Kaliumbicarbonat vorsichtig nach und nach eingetragen. Sie wurde darauf mit einem doppelt gebohrten Kork versehen, durch welchen zwei Glasröhren führten. Die eine, zur Zufuhr von Kohlensäure, reichte bis zur Mitte der Flasche, die andere, zur Ableitung bestimmte Glasröhre war kürzer und endigte mit ihrem gebogenen Schenkel unter Quecksilber, das nicht so sehr zur Erhöhung des Druckes als zum Abhalten der Luft diente.

So eingerichtet und beschickt, wurde die Flasche in einen Viktor Meyer'schen Trockenkasten eingestellt, der zur Erhaltung einer Temperatur von 180° Phenol als Heizflüssigkeit enthielt. Während des Erhitzens wurde ein konstanter Strom von gewaschener und getrockneter Kohlensäure durchgeleitet. Verschiedene Versuche ergaben, daß die Ausbeute an Carbonsäure am besten war, wenn das Erhitzen auf 180° im Kohlensäurestrom 12 bis 16 Stunden dauerte oder mit Äthylbenzoat als Heizflüssigkeit nur 6 bis 8 Stunden auf 210° erhitzt wurde. Nach Ablauf dieser Zeit ließ ich die Mischung im Kohlensäurestrom etwas erkalten und versetzte sie mit verdünnter Salzsäure bis zur stark sauren Reaktion, jedoch mit der Vorsicht, daß die etwa austretende Flüssigkeit aufgefangen werden