

Ausbeute erzielt worden war, und es ist nur zu vermuten, daß irgendein wesentliches Moment als irrelevant übersehen und nicht angegeben wurde.

Wir haben nun aber im Verlauf unserer Untersuchung eine Methode zur Darstellung des Hexa- neben Pentamethylphloroglucin gefunden, welche tadellos und sicher ist und bis jetzt bei acht Versuchen immer ein positives Resultat geliefert hat. Sie besteht in der Behandlung von Phloroglucin in wässriger alkalischer Lösung mit Jodmethyl in der Wärme.

5 g getrockneten Phloroglucins werden in 100  $\text{cm}^3$  20prozentiger wässriger Kalilösung gelöst und hierzu werden 50 g Jodmethyl hinzugefügt. Das Ganze wird im Wasserbad erwärmt, wobei nur dafür gesorgt werden muß, daß kein Siedeverzug entsteht. Das Erwärmen wird bis zur neutralen Reaktion fortgesetzt, welche in der Regel nach 36 bis 48 Stunden eintritt. Ist wegen der zu starken Verflüchtigung beim Beginn der Reaktion vor dem Auftreten der neutralen Reaktion das Jodmethyl verschwunden, so muß die Operation unterbrochen und neuerlich eine kleine Menge Jodmethyl hinzugefügt werden. Bisweilen muß auch eine Unterbrechung eintreten, wenn die Holzstäbe oder Tonstückchen zu wirken aufhören und Siedeverzug eintritt.

Nach dem Eintreten der neutralen Reaktion wird das Jodmethyl im Wasserbad abdestilliert und die Lösung stark alkalisch gemacht. Dabei scheidet sich beim Erkalten das Hexamethylphloroglucin immer sofort krystallinisch aus, so daß gar kein Destillieren, weder direkt noch mit Wasserdampf, notwendig ist. Ein einmaliges Umkrystallisieren aus verdünnter Essigsäure genügt, um reines Produkt zu erhalten. Die alkalische Lösung, angesäuert, gibt an Äther nahezu reines Pentamethylphloroglucin ab und nur bei einem Versuche war auch etwas Tetramethylphloroglucin zu konstatieren.

Die Identität wurde durch die Schmelz- und Mischschmelzpunkte sicher nachgewiesen.

Nach der Ausführung der ersten zwei Versuche ist dem einen von uns von Prof. Zeisel in Erinnerung gebracht worden, daß vor vielen Jahren Prof. H. Goldschmidt (Christiania) von ähnlichen Reaktionen in wässriger Lösung etwas erzählt hat.