

und Mischschmelzpunkt als unveränderter Äther erkannt wurde.

Methylierung von Phloroglucindimethyläther.

Je 9 g der Substanz wurden, wie schon oben oft beschrieben, mit 100 cm^3 einer 10%igen wässerigen alkalischen Lösung und Jodmethyl bis zur neutralen Reaktion behandelt. Es resultierten 7.5, beziehungsweise 8 g eines in Alkali unlöslichen Öles, welches bald teilweise erstarrte. Die Krystalle wurden abgesaugt und lieferten 6 g vom Schmelzpunkte 45 bis 50° und Methoxylgehalt von 54.21%. Das von den Krystallen befreite Öl (8 g) enthielt 46.2% OCH_3 . Die Konstanten für den Phloroglucintrimethyläther sind: Schmelzpunkt 54 bis 55° und 55.35% OCH_3 . Es ist also in überwiegender Menge der Trimethyläther entstanden.

Methylierung des Orcins.

Bei der Wichtigkeit dieser Reaktion sollen die beiden getrennt aufgearbeiteten Versuche auch getrennt angeführt werden.

Versuch I. 46 g krystallisiertes Orcin wurden mit 144 g Ätzkali (in 746 cm^3 Wasser gelöst) und 440 g Jodmethyl behandelt. Das alkaliunlösliche Produkt ergab 53 g, welche bei 138 bis 144° (35 mm) übergangen. Dieses rohe Produkt ergab einen Methoxylgehalt von 7.13%.

In einer Kältemischung wurden dann durch Ausfrieren 24 g des Gemisches von Tetra- und Pentamethylorcine gewonnen, wovon 23 g bei Zimmertemperatur wieder schmolzen (Pentamethylorcine); auf der Nutsche blieben 1.2 g unreines Produkt vom Schmelzpunkte 46 bis 56°, welches nach wiederholtem Umkrystallisieren durch den Schmelz- und Mischschmelzpunkt als Tetramethylorcine erkannt wurde. Eine Methoxylbestimmung der roh gewonnenen 23 g Pentamethylorcine zeigte noch den Methoxylgehalt von 1.92% an.

Das in der Kältemischung nicht erstarrte Öl (25 g) wurde nun mit der fünffachen Menge Jodwasserstoff entmethyliert und in Alkalilösliches und Alkaliunlösliches getrennt. Der Äther-