

* Ol. Salviae,	* (Ol. Tanaceti),
* - Santali Japon.,	* - Thymi,
* - Santali Ostind.,	* - Trachypogonis,
* - Santali Americ.,	* (- Unonae),
* (- Sassafras),	* - Valerianae,
* (- Saturejae),	* (- Verbenae),
* - Serpylli,	* - Vetiveriae,
* - Spicae,	* - Vitis vinif.,
* (- Succini),	* - Zingiberis.

Die Tropfprobe zur Erkennung einer Verfälschung der ätherischen Oele mit Terpentinöl und Weingeist werde ich später mittheilen.

Die Guajakprobe, mit einigen ätherischen Oelen durchgeführt, gewährt schnell eine Uebersicht und Beurtheilung. Hier erlaube ich mir, noch darauf aufmerksam zu machen, das native Guajakharz nicht mit depurirtem zu verwechseln. Von einer Drogerie erhielt ich z. B. statt des nativen Harzes depurirtes. Das native Harz giebt beim Zerreiben im porzellanenen Mörser ein hellgraues Pulver, das depurirte ein graubraunes Pulver. Ein erbsengrosses Stück nativen Harzes in einem porzellanenen Schälchen zu Pulver zerrieben und dann mit 10 Tropfen Terpentinöl, hierauf mit 10 — 15 Tropfen absolutem Weingeist übertropft, lässt die Flüssigkeit durch 30 Minuten und auch länger gelb, tritt aber schon nach 1 — 3 Minuten blaue oder dunkel violette Farbe ein, so liegt ein depurirtes Guajakharz vor. Diese Operation ist am schattigen Orte auszuführen, damit Tageslicht nicht einwirkt.

Zur Darstellung der Salole.

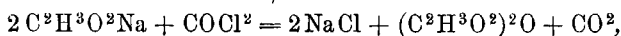
Von Dr. Hugo Eckenroth in Ludwigshafen a/Rh.

In Nr. 72 der Pharm. Zeitung beschreibt Herr B. Fischer die Darstellung des Salols, wie dieselbe in der Salicylsäurefabrik von Dr. F. von Heyden Nachf. in Dresden ausgeführt wird.

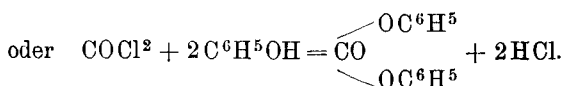
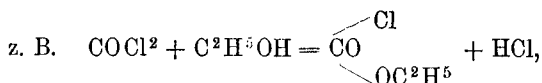
Aufmerksam gemacht durch die Verwendung des Phosphorpentachlorids, erinnerte ich mich sofort an einen Körper, welcher ganz ähnliche Reactionen bewirkt, dabei aber um die Hälfte billiger und leichter darzustellen ist.

Es ist dies nämlich das Chlorkohlenoxyd oder Phosgen-
gas. Dieses Phosgen gas hat die merkwürdige Eigenschaft, Chlor
abzugeben, zu condensiren, Harnstoffe zu bilden und zu ätherificiren.

Bei der Darstellung des Aethylidenchlorids¹ aus Aldehyd
giebt das Phosgen seine beiden Chloratome ab, entzieht dem Aldehyd
den Sauerstoff, welcher sich mit dem Rest CO zu CO² vereinigt.
Condensirend wirkt das Phosgen bei der Darstellung der Säure-
anhydride² durch Ueberleiten von Chlorkohlenoxyd über die er-
hitzten Natronsalze der Säuren, z. B.

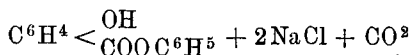
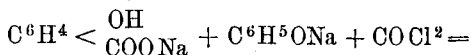


Harnstoffe werden durch Einwirken von Phosgen auf Aminbasen
dargestellt, und Aether entstehen beim Einleiten von Phosgen in
Alkohole,



Nach diesen Reactionen ist es nicht schwer, das Chlorkoh-
lenoxyd auch zur Darstellung der Salole zu verwenden.

Nach der Gleichung



musste demnach durch Einwirken von Phosgen auf salicylsaures
Natron und Phenolnatrium der Phenoläther der Salicylsäure ent-
stehen, was in der That durch meine Versuche bestätigt wurde.

Wie voraus zu sehen, lässt sich diese Reaction auf sämmtliche
vom Phenol derivirende Salole anwenden und bin ich zur Zeit mit
deren Anfertigung noch beschäftigt.

Zur Darstellung des Salols werden salicylsaures Natron und
Phenolnatrium in molecularen Verhältnissen innig vermenget in ein
Glaskölbchen gebracht, welches mit einem doppelt durchbohrten
Gummistopfen versehen ist. Durch die eine Oeffnung geht eine fast

1) Eckenroth, Berl. Bericht. XIII. pag. 518.

2) Hentschel, Berl. Bericht. XII. pag. 1285.

bis auf den Boden des Kölbchens reichende Glasröhre, welche über dem Stopfen im rechten Winkel gebogen und mit der Phosgenleitung in Verbindung steht; durch die andere Oeffnung bringt man eine ca. 2 Meter lange Glasröhre an, welche als Abzugsröhre benutzt wird.

Darauf lässt man einen langsamen Strom Phosgengas einwirken; anfangs tritt Erwärmung ein, welche jedoch bald nachlässt und muss man nun das Kölbchen auf dem Wasserbade erwärmen und so die Reaction unterstützen. Dieselbe ist beendet, wenn eine kleine Probe herausgenommen, an Wasser kein Phenol mehr abgiebt.

Hierauf wird die Phosgenleitung abgeklemmt, das Kölbchen noch etwa eine halbe Stunde auf dem Wasserbade erhitzt, um den Ueberschuss von Phosgen zu verjagen, und dann die Reactionsmasse mit Wasser behandelt, wodurch das sich bildende Chlornatrium entfernt wird. Das restirende Salol wird durch öfteres Umkrystallisiren aus Alkohol vollkommen gereinigt.

Wie bekannt, krystallisirt das Salol aus Alkohol in tafelförmigen Krystallen vom Schmelzpunkt 43° C.

Die alkoholische Lösung giebt mit Eisenchlorid die charakteristische violette Färbung.

Bromwasser fällt aus der alkoholischen Lösung ein weisses Pulver, welches aus Alkohol auskrystallisirt, lange Nadeln bildet.

Mit Kalilauge erwärmt, löst sich das Salol auf; nach Zusatz von Salzsäure bis zur sauren Reaction fällt Salicylsäure aus, da durch das Kochen mit Kali der Aether zerstört wird, indem sich salicylsaures Kali und Phenolkalium bildet.

Monobromsalol.

Wie schon oben bemerkt, giebt Salol in alkoholischer Lösung mit Bromwasser einen weissen Niederschlag von Bromsalol. Da aber die wässerige Lösung des Broms auch leicht unzersetztes Salol ausscheiden kann, so wurde ein anderes Verfahren eingeschlagen.

Ca. 10 g Salol wurden in 50 bis 60 cem absoluten Alkohols gelöst, der Lösung nach und nach und in ganz kleinen Mengen flüssiges Brom zugefügt. Man setzt erst dann wieder Brom zu, bis die anfangs gelbe Lösung farblos geworden, und wiederholt dieses so lange, bis schliesslich eine ganz schwach gelb gefärbte Lösung resultirt.

Nach etwa 10 stündiger Ruhe hat sich die Lösung entfärbt und ist eine ziemliche Menge der neuen Verbindung auskrystallisirt.

Die Krystalle werden auf einem Trichterchen gesammelt, scharf abgesaugt, mit etwas Alkohol ausgewaschen und durch zweimaliges Umkrystallisiren aus Alkohol gereinigt.

So dargestellt, bilden sie schöne, weisse, seiden-glänzende Nadeln von dem Schmelzpunkt $98,5^{\circ}$ C. (unc.) In Wasser sind sie nicht löslich, schwer in kaltem, leicht in kochendem Alkohol und Aether.

Durch die Analyse wurde die Verbindung als Monobromsalol charakterisirt:

I. 0,2465 g aus Alkohol krystallisirte, über Schwefelsäure getrocknete Substanz wurden mit Kalk geglüht und gebrauchten 8,45 ccm $\frac{1}{10}$ Normal-Silberl. = 0,0676 g Br = 27,42 Proc.

II. 0,2870 g Substanz gebrauchten 9,85 ccm $\frac{1}{10}$ N. Agglösung = 0,0788 g Br = 27,45 Proc.

Berechnet für $C^{13}H^9O^3Br$	I.	II.
Br 27,30	27,42	27,45 Proc.

Noch mit der Darstellung einiger anderer Derivate der Salole, besonders der Naphtosalole, beschäftigt, werde ich in nächster Zeit darüber berichten und möchte mir hierfür das Arbeitsfeld vorbehalten.

Ludwigshafen a/R., im October 1886.

B. Monatsbericht.

Pharmaceutische Chemie.

Zur Prüfung von Extractum Belladonnae. — a) Nachweis von Verfälschungen. O. Schweissinger hat bei der Fortsetzung seiner Versuche über den Nachweis von Verfälschungen in narcotischen Extracten (vergl. Archiv Seite 259 und 403) gefunden, dass sich eine alkalische Wismutlösung fast noch besser zum Reagens eignet, als die früher vorgeschlagene Fehling'sche Lösung. Die Wismutlösung wird bereitet, indem man 4 Theile Seignettesalz in 100 Theilen officineller Kalilauge bei gelinder Wärme löst, darauf allmählich Wismutsubnitrat (etwa 2 Theile) hinzugiebt und nach dem Erkalten klar abgiesst. Zur Ausführung des Versuchs verfährt man in folgender Weise:

2 ccm des erwähnten Reagens werden mit 3 ccm Wasser verdünnt, darauf 5 Tropfen einer Extratlösung von 1 Theil Extract in 4 Theilen Wasser hinzugefügt und einmal stark zum Kochen erhitzt. Belladonnaextract (ebenso auch Hyoscyamusextract) bleibt entweder vollkommen unverändert oder färbt sich nur wenig dunkler, scheidet jedoch weder einen schwarzen noch einen braunen oder weisslichen Niederschlag ab. Enthält das Extract fremde Beimischungen, so bildet sich je nach der Art derselben ein die ganze Flüssigkeit erfüllender dichter schwarzer Niederschlag, der sich allmählich zu Boden setzt, oder ein voluminöser weisslicher oder bräunlicher, schneller absetzender Niederschlag.

Zu dem hier folgenden Verzeichniss der nach dieser Methode untersuchten Extracte ist zu bemerken, dass alle die angegebenen Reactionen schon in einer Menge von einem, höchstens zwei Centigrammen gehen, und dass bei grösseren Mengen als 5 Centigramm die Reaction durch zu dunkle Färbung undeutlich wird.