Obwohl das Xanthoxylin Stickstoff enthält, besitzt es doch keine basischen Eigenschaften, sondern ähnelt im Allgemeinen den sogenannten Stearoptenen.

LXXVII.

Ueber die Darstellung der wasserfreien organischen Säuren.

Von

Dr. G. Wunder,

Assistenten am I. Universitätslaboratorium zu Leipzig.

Bekanntlich erhält man nach Gerhardt's Entdeckung die wasserfreien einbasischen Säuren, indem man die entsprechenden Natronsalze mit Phosphoroxychlorür behandelt. Die Darstellung des Phosphoroxychlorürs ist zwar durch die später von Gerhardt angegebene Methode, nach welcher man dasselbe durch Destillation des Phosphorchlorids mit vollkommen getrockneter Oxalsäure erhält, wesentlich erleichtert, allein sie gehört doch immer zu den sehr misslichen Operationen, da der Oxalsäure das Kristallwasser schwer vollkommen entzogen werden kann, und man bei der Destillation derselben mit Phosphorchlorid immer einer grossen Menge von Dämpfen ausgesetzt ist, welche die Augen und die Respirationswerkzeuge sehr heftig afficiren. Ich habe daher versucht, auf andere Weise als mit Hülfe des Phosphoroxychlorürs die einbasischen Säuren wasserfrei zu erhalten, und gefunden, dass die Darstellung auch durch unmittelbare Einwirkung des Phosphorchlorids PCl_3 auf die entsprechenden Natronsalze gelingt. Zunächst habe ich auf diese Weise wasserfreie Benzoësäure bereitet.

Phosphorchlorid wurde mit gut getrocknetem benzoësauren Natron im Verhältniss von 1 Aeq. zu 6 Aeq. in einem Kolben zusammengeschüttelt; das Gemisch erhitzte sich sehr stark und schmolz, ohne dass äussere Wärme

angewendet wurde, zu einer syropdicken Flüssigkeit. Dieselbe wurde im Sandbade noch einige Zeit bis ungefähr 130° erhitzt; die beim Erkalten erstarrte Masse wurde mit kaltem Wasser behandelt, der Rückstand in kochendem Alkohol gelöst; die beim Erkalten sich ausscheidenden Krystalle besaßen alle von Gerhardt angegebenen Eigenschaften der wasserfreien Benzoëssäure. Die alkoholische Lösung derselben reagirte vollkommen neutral. Beim Erhitzen mit Wasser schmolzen sie unter demselben und machten es nach längerem Kochen sauer.

Der vollständigen Sicherheit wegen wurde noch eine Elementaranalyse ausgeführt.

0,4237 Grm. trockner Substanz gaben 1,1552 Kohlensäure und 0,1785 Wasser.

Dem entsprechen:

		Berechnet.
C	74,35	74,34
H	4,68	4,42
O	20,97	21,24
	100,00	100,00

nach der Formel: $C_{14}H_{10}O_3$.

Der Vorgang bei dieser Bildungsweise ist offenbar ganz analog demjenigen, welcher bei Bereitung mittelst Phosphoroxychlorür stattfindet; es sind zwei Phasen der Reaction zu unterscheiden; in der ersten wird die Hälfte des benzoësauren Natrons in Benzoylchlorür verwandelt, welches in der zweiten Phase auf den noch unzersetzten Theil des benzoësauren Natrons reagirt.

Der Vorgang scheint durch folgende Gleichungen ausgedrückt zu sein.

Erste Phase:

Zweite Phase: