

Darstellung von Brenzschleimsäure aus Furfurol; von J. Volhard.

Die Darstellung der Brenzschleimsäure aus Furfurol mit alkoholischem Kali liefert nur geringe Ausbeute; nach Bieler und Tollens*) etwa 25 pC. vom angewendeten Furfurol. Mit wässerigem Kali wird nach Schiff**) nahezu die berechnete Menge von Säure erhalten; aber auch bei ganz glattem Verlauf der Reaction würde nur die Hälfte des Furfurols in Säure übergehen.

Mit besserem Erfolg läßt sich Furfurol mittelst Permanganat in Brenzschleimsäure überführen. Diese Oxydation geht sehr energisch vor sich und unter lebhafter Wärmeentwicklung. Um gute Ausbeute zu erzielen muß man das Furfurol in viel Wasser vertheilen und reichlich Alkali zugeben; auch darf die Permanganatlösung nur allmählich zugesetzt werden und unter Kühlung, so daß die Temperatur während der Oxydation 20° nicht übersteigt.

Nachdem die berechnete Menge Permanganat zugesetzt ist, wird aufgeköcht, um den Hyperoxydniederschlag etwas compacter zu machen, filtrirt und mit kochendem Wasser nachgewaschen.

Das Filtrat ist gelb bis braun und wird beim Eindampfen dunkler, zuletzt undurchsichtig schwarzbraun. Die auf ein kleines Volum eingengte Flüssigkeit wird mit Salzsäure übersättigt und mit Aether mehrfach ausgeschüttelt. Nach dem Abdestilliren des Aethers hinterbleibt die Brenzschleimsäure als schwarzbraune krystallinische Masse. Hatte man die alkalische Flüssigkeit vor dem Eindampfen genau neutralisirt,

*) Diese Annalen **259**, 119; vgl. daselbst die Literatur betr. Ueberführung von Furfurol in Brenzschleimsäure.

) Diese Annalen **261, 254.

so färbt sie sich weniger stark und liefert eine in dunkelgrauen Blättern krystallisirte Säure.

Die folgende Zusammenstellung führt die Gewichte der Ingredienzien und der erhaltenen rohen Säure auf; die letzte Zeile giebt unter Ber. pC. die Ausbeute in pC. der nach



berechneten Menge.

	1	2	3	4
Furfurol	9,6	7,81	9,6	9,6 g
Natronhydrat	6,0	24,0	—	— g
Kalihydrat	—	—	26,0	26,0 g
Wasser	200	400	400	400 g
Permanganat	10,5	8,54	10,5	10,5 g
Wasser	250	250	400	400 g
Brenzschleimsäure	8,4	7,8	8,71	8,9 g
Ber. pC.	74,0	75,5	77,8	79,5 g.

Durch wiederholtes Umkrystallisiren aus Wasser und anhaltendes Kochen mit Thierkohle läßt sich die so erhaltene Säure nur schwierig ganz entfärben; in der Regel bleibt dieselbe mehr weniger gelblich.

Ganz rein wird die Säure am leichtesten durch Sublimation. In einem Becherglas im Oelbad bei 130 bis 140°, zuletzt bis 150° erhitzt, sublimirt sie durch einen über die Substanz gelegten Stramincarton, in vollkommen farblosen oder weissen Nadeln. So geht die Sublimation jedoch sehr langsam; rascher kommt man zum Ziel durch Erhitzen im Luftstrom unter starker Druckverminderung. Man bringt die rohe Säure zwischen Asbestpropfen in ein Glasrohr, welches in einem Luftbad erhitzt wird. Das eine Ende des Rohrs steht mit einer Vorlage und der Wasserluftpumpe in Verbindung, während das andere Ende ein mit Quetschhahn versehenes Röhrchen trägt, durch welches man trockene Luft eintreten läßt. Unter 50 bis 60 mm Druck sublimirt die Säure leicht bei 130 bis 140° in langen weissen Nadeln vom Schmelzpunkt 132°.

(Geschlossen am 16. Januar 1891).

Druck von Wilhelm Keller in Gießen.

