

Drachenblut.

Wir haben zwei Sorten dieses Harzes untersucht, dasjenige, welches in Stücken, und jenes, welches in Stangen im Handel vorkommt, konnten aber nicht ermitteln, von welcher Stammpflanze dieselben gewonnen waren. (Bekanntlich werden als Drachenblut liefernd *Calamus draco*, *Dracena draco* und *Pterocarpus draco* genannt.) Gewiss ist, dass die verschiedenen Sorten bei der von uns eingeschlagenen Verfahrungsweise quantitativ wenigstens verschiedene Resultate geben. — Das Rohmaterial haben wir zuerst durch Auflösen in Weingeist, Abdestilliren der Tinctur und Ausfällen des Destillationsrückstandes mit Wasser gereinigt.

Wir wollen gleich bemerken, dass in einem Falle das Hauptproduct der Zersetzung aus Paraoxybenzoësäure, in einem anderen aus Phloroglucin bestand. In diesem letzteren Falle erhielten wir fast gar nichts von dieser Säure, dagegen war die Ausbeute an Phloroglucin merkwürdig groß. Ein Civilpfund gereinigten Harzes gab circa 40 Grm. rohes Phloroglucin, daneben etwa 20 Grm. Benzoësäure, ausserdem fanden sich kleine Mengen von Oxalsäure, und in jenem Falle, wo die Menge der Paraoxybenzoësäure über die des Phloroglucins überwog, auch nicht unbeträchtliche Mengen der früher beschriebenen combinirten Säure $C_{14}H_{12}O_7$, nebst Spuren des Körpers mit der rothen Eisenreaction, den wir beim Benzoëharz gleichfalls schon genannt haben. Endlich gab jene Harzsorte, welche so viel Phloroglucin geliefert hatte, noch eine geringe Menge eines neuen Körpers c, während die Säure $C_{14}H_{12}O_7$ nur in Spuren vorhanden war.

Im ersteren Falle, wo die Menge der Paraoxybenzoësäure überwiegend war, wurde die rohe Krystallmasse, wie sie unmittelbar aus den ätherischen Auszügen erhalten war, in Wasser gelöst und mit Bleizucker behandelt. Aus dem

Niederschlag wurde wie früher die Säure $C_{14}H_{12}O_7$ erhalten, daneben kleine Mengen des Körpers mit der rothen Eisenreaction.

Die Analysen der ersteren bei 120° getrockneten Säure gaben :

Mittel der Säure aus Benzoë			
C	57,0	57,0	57,2
H	4,3	4,5	4,2.

Die lufttrockene Substanz verlor 10,8 pC. Wasser.

Alle Reactionen und sonstigen Verhältnisse ließen nicht verkennen, daß diese Säure mit der aus Benzoë erhaltenen identisch sei. Aus der vom Bleiniederschlag abgelaufenen Flüssigkeit wurde, nach dem Entbleien derselben, die Paraoxybenzoësäure, die Benzoësäure und das Phloroglucin erhalten.

Daneben befindet sich auch noch in ihr eine gewisse Menge der früher erwähnten gemischten Säure. Aus der rohen Krystallisation entfernt man zunächst die Benzoësäure durch Schwefelkohlenstoff, löst hierauf den Rückstand wieder in Wasser, fällt mit Bleizucker (wodurch man den Rest von $C_{14}H_{12}O_7$ auslöst), filtrirt, entbleit das Filtrat mit Schwefelsäure, sättigt es mit Soda ab und schüttelt es mit Aether aus, der das Phloroglucin aufnimmt. Die ausgeschüttelte wässrige Flüssigkeit wird jetzt wieder angesäuert und derselben durch neuen Aether die Paraoxybenzoësäure entzogen.

Die Reinigung derselben so wie die des Phloroglucins geschah nach schon früher angeführten Methoden. Die Identität dieser Producte wurde durch sorgfältige vergleichende Reactionen und Analysen festgestellt. Das getrocknete Phloroglucin gab :

C	57,0	57,1	$C_6H_6O_3$ berechnet.
H	4,9	4,8	

Die lufttrockene Substanz verlor bei 100° 22,1 pC. Wasser; berechnet 22,2 pC.

Die Paraoxybenzoësäure ergab getrocknet folgende Zahlen :

C	60,9	60,9	} berechnet.
H	4,5	4,3	

Die lufttrockene Substanz verlor bei 100° 11,3 pC. Wasser; berechnet 11,5 pC.

Mit c haben wir vorhin einen Körper bezeichnet, der in einem zweiten Versuche gefunden wurde.

Die Hauptmasse des Phloroglucins, die aus dem ätherischen Auszuge auskrystallisirt war, wurde abgepresst, die Mutterlauge wie gewöhnlich mit essigsauerm Blei behandelt, der sehr geringe Niederschlag, der von der Säure $C_{14}H_{12}O_7$ oder von Protocatechusäure herrührte, abfiltrirt, das Filtrat mit Schwefelsäure vom Blei befreit und wieder eingedampft. Es krystallisirte nun noch eine gewisse Menge von Phloroglucin und Benzoësäure und als auch diese wieder entfernt waren, bildete sich in der dicklichen Mutterlauge eine neue Krystallkruste von großer Löslichkeit in kaltem Wasser, die dadurch nach vielem Umkrystallisiren von den letzten Resten von Phloroglucin und Benzoësäure befreit werden konnte, die ihr Anfangs noch beigemischt waren. Behandeln mit Kohle lieferte zuletzt die Substanz auch farblos. Ihre Menge war nicht groß, und durch die langen Reinigungsoperationen verringerte sie sich so, daß sie zuletzt nur zu wenigen analytischen Versuchen hinreichte. Sie giebt krümliche efflorescirende Krystallvegetationen, die man unter dem Mikroscope als feine Nadeln erkannte. Sie ist von schwach bitterem Geschmacke, sehr löslich, schon in kaltem Wasser, neutraler Reaction, nicht fällbar durch Metallsalze, und giebt mit Eisenohlorid eine schön blaue, aber nicht sehr intensive und bald mißfarbig werdende Färbung. Sie reducirt in alkalischer Lösung Kupferoxyd und ebenso eine Lösung von Silbernitrat beim Erwärmen.

Sie erstarrt nach dem Schmelzen strahlig-krystallinisch und scheint zum Theil wenigstens sublimirbar zu sein.

Ihr Gewicht vermindert sich bei 120° so wenig, daß man sie für krystallwasserfrei ansehen muß.

Die Verbrennungen gaben :

- I. 0,3007 Grm. bei 120° getrockneter Substanz gaben 0,6548 Kohlen-
säure und 0,1602 Wasser.
II. 0,2903 Grm. bei 120° getrockneter Substanz gaben 0,6284 Kohlen-
säure und 0,1486 Wasser; in Procenten :

	I.	II.
C	59,4	59,0
H	5,9	5,7

Diesen Zahlen entspricht am besten die Formel : $C_9H_{10}O_4$,
die auch die der Everninsäure und der Veratrumsäure ist.

	berechnet	Mittel der Versuche
C_9	108	59,3
H_{10}	10	5,5
O_4	64	—
	182.	

Wir vermutheten, sie möchte vielleicht : $\frac{C_7H_4O_2}{H \cdot C_2H_5} \{ O_2 \}$ der
Aether der Protocatechusäure sein, dessen Bildung während
der Operationen mit Aether bei Gegenwart von Schwefelsäure
(und wohl auch von Salzsäure, die von dem Chlorkaliumge-
halte des käuflichen Aetzkali's herrühren konnte) möglich
gewesen wäre.

Allein wir konnten durch neues Schmelzen mit Kali
daraus keine Protocatechusäure abscheiden.

Die Substanz ist aber dadurch zerlegbar in einen durch
Bleizucker fällbaren und einen davon nicht gefällten Körper.
Der Versuch mußte mit so geringen Mengen an Material
angestellt werden, daß die Producte nicht näher untersucht
werden konnten. Die Substanz aus dem Bleisalze gab mit
Eisenchlorid eine röthliche Farbenreaction; diejenige aus der
abgelaufenen Flüssigkeit war leicht krystallisirbar, süß und
etwas bitter zugleich und könnte leicht Phloroglucin enthalten.
Ihre Lösung wurde von Eisenchlorid gebläut *).

*) Die ursprüngliche Substanz läßt sich mit Brom in eine in Wasser
unlösliche, aus verdünntem Alkohol in Nadeln krystallisirende Ver-
bindung überführen, welche 64,5 pC. Brom enthielt. Die Formel
 $C_9H_6Br_4O_4$ verlangt 64,3 pC. Brom.

Die unter den Zersetzungsproducten des Drachenblutes angeführte Oxalsäure befindet sich in dem Salzurückstand, den man durch Abdampfen der mit Aether ausgeschüttelten Flüssigkeit erhält. Wir haben diesen mit Weingeist ausgezogen, aber aufser der Oxalsäure nur spurenweise das erhalten, was wir schon im ätherischen Auszuge gefunden hatten.

Aloë;

von H. Plasiwetz.

Die verwendete Drogue war Socotora Aloë, die sich in heifsem Wasser vollständig löste.

Eine vorausgehende Reinigung des Rohmaterials ist (obwohl sie einmal vorgenommen wurde) hier kaum nöthig, und ändert nichts an dem Verlauf der Erscheinungen und den erhaltenen Producten.

Das Schmelzen mit Kali mufs wegen des Schäumens sehr gut überwacht werden und wurde fortgesetzt, bis der Schaum stark einsank, was (bei Anwendung von 10 Loth Aloë) nach etwa einer halben Stunde der Fall war.

Der ätherische Auszug der durch Absättigen und Filtriren der Schmelze erhaltenen Flüssigkeit giebt bei angemessener Concentration sehr bald eine bedeutende Krystallisation von *Paraoxybenzoësäure*. Ein Pfund Aloë lieferte an 34 Grm. Rohproduct, und sie ist gewifs das beste Material, sich schnell eine gröfsere Menge dieser Säure zu bereiten. Es war leicht, sich nach der Reinigung derselben von ihrer Identität mit der aus Benzoë und Drachenblut erhaltenen zu überzeugen.

Die Analysen gaben auch ganz übereinstimmende Resultate :

- I. 0,318 Grm. Substanz (bei 120° getrocknet) gaben 0,7100 Kohlensäure und 0,128 Wasser.