

nach längerem Einleiten der Kohlensäure fängt Phenol an abzudestilliren, später in reichlicher Menge. Zuletzt steigert man die Temperatur auf 220° bis 250°. Die Operation ist beendet, wenn bei dieser Temperatur unter fortwährendem Einleiten von Kohlensäure kein Phenol übergeht.“

Das Verfahren kann (nach dem französischen Patent) in der Weise etwas abgekürzt werden, dass man das Phenol und das Alkalihydrat in einer eisernen Retorte erwärmt und dabei die Temperatur einige Zeit lang auf 180° erhält, um alles Wasser und das überflüssige Phenol zu verjagen, das man in geeigneten Gefässen auffängt. Alsdann leitet man in die Retorte Kohlensäure.

Der nach beendeter Reaction, d. h., wenn von dem unter fortwährendem Einleiten von Kohlensäure schliesslich auf 250° erhitzten Retorteninhalt kein Phenol mehr abdestillirt, bleibende Rückstand ist bei gut geleiteter Operation von graulich weisser Farbe; er besteht aus natriumsalicylsaurem Natrium.

Dies ist in Wasser mit dunkelbrauner Farbe sehr leicht löslich. Auf Zusatz von Salzsäure zu dieser Lösung geseht das Ganze zu einem dicken Brei von ausgeschiedener Salicylsäure. Das dicke Magma wird in leinene Spitzbeutel gebracht und durch Pressen von der Mutterlauge vollständig befreit. Durch Umkrystallisiren, Sublimiren oder andere Reinigungsmethoden erhält man die Salicylsäure fast rein, sie hat nur einen Stich ins Gelbliche. Hr. Rautert¹⁾ theilt mit, dass die Säure leicht entfärbt werden kann, wenn man sie in einer Retorte auf 170° erhitzt und sodann einen Strom überhitzten Wasserdampfs (von 170°) in die Retorte injicirt. Die Salicylsäure destillirt dann sogleich ganz farblos, und nach kurzer Zeit bleibt nur eine Spur einer schwarzen harzartigen Masse in der Retorte. Der Apparat muss so arrangirt sein, dass der Retortenhals auf mechanische Weise, z. B. durch einen eingelassenen beweglichen Draht von Krystallen, frei gehalten werden kann. Hr. Endemann²⁾ empfiehlt fractionirte Fällung der Säure. Wenn zuerst nur etwa $\frac{1}{20}$ der Salicylsäure gefällt wird, so erhält man einen fast schwarzen Niederschlag, der alle färbenden Stoffe enthält, und die weitere Fällung ist weiss. Hierbei ist ein Verlust an Säure unvermeidlich.

Den Chemismus bei dieser Entstehung der Salicylsäure erklärt Hr. Kolbe in folgender Weise. In zwei Moleculen Phenolnatrium findet unter Einwirkung der Kohlensäure ein Austausch von Wasserstoff und Natrium in der Weise statt, dass einerseits Phenol, andererseits Dinatriumphenol resultirt, welch letzteres sich direct mit Kohlensäure zu natriumsalicylsaurem Natrium verbindet:

1) Rautert, Dingl. pol. J. Apr. 1875; Ber. chem. Ges. 1875, 537.

2) Endemann, Americ. Chem. VI, 47.