

und bildet leicht eine Anhydridsäure $C_8H_8O_5$, welche den Schmelzpunkt 94.5° zeigt und mit grossem Krystallisationsvermögen begabt ist, scheinbar aber immer noch etwas Wasser einschliesst.

Analyse: Ber. für $C_8H_{10}O_6$	$C_8H_8O_5 + \frac{1}{2}H_2O$	$C_8H_8O_5$
Procente: C 47.52,	51.54,	52.17.
H 4.95,	4.43,	4.35.
Gef. »	C 51.24, 51.35, H 4.44, 4.50.	

Auch hier entspricht die angenommene Formel dem Molekulargewichte, denn es berechnet sich für $C_8H_8O_5$

Molekulargewicht: 184.

Gefunden: 199, 192, 202.

Die Salze leiten sich von der dreibasischen Säure ab.

Die Arbeiten über diese Säuren, welche vielleicht im Zusammenhange mit tetrahydrierten Benzolderivaten oder dem Ringsystem stehen, welches Tiemann im Pinen annimmt, werden nach Herbeischaffung neuen Materials fortgesetzt werden.

Neben den Säuren wurde als weiteres Oxydationsproduct ein eisenhaltiger Körper erhalten, der in kohlensaurem Natron löslich ist. In dieser Lösung ist das Eisen durch die gewöhnlichen Mittel der Analyse nicht nachweisbar. Mit der Untersuchung dieses Körpers, der vielleicht in Beziehung zum Pyrrol steht, bin ich ebenfalls beschäftigt.

Tübingen, den 12. März 1896. Physiol.-chem. Institut.

139. C. Graebe und F. Ullmann: Ueber eine neue Darstellungsweise des *o*-Oxybenzophenons.

(Eingegangen am 23. März.)

Wir haben früher mitgetheilt ¹⁾, dass die aus *o*-Aminobenzophenon erhaltene Diazoverbindung beim Kochen mit Wasser neben dem Hauptproduct, dem Fluorenon, nur wenig *o*-Oxybenzophenon liefert. Deshalb haben wir im Anschluss an ältere, im hiesigen Laboratorium ausgeführte Versuche die Darstellung des letzteren aus Methylsalicylsäure studirt und sind so zu einer befriedigenden Gewinnungsweise desselben gelangt. Lässt man das Chlorid ²⁾ dieser Säure, $C_6H_4 \begin{smallmatrix} OCH_3 \\ COCl \end{smallmatrix}$, auf Benzol bei Gegenwart von Chloraluminium einwirken, so erhält

¹⁾ Diese Berichte 27, 3463.

²⁾ Dieses Chlorid ist kürzlich von Pinnow u. Müller, diese Berichte 28, 158 beschrieben worden.

man direct *o*-Oxybenzophenon. Das Methyl wird demnach durch die freiwerdende Salzsäure oder durch das Chloraluminium vollkommen abgespalten. Das bei dieser Reaction erhaltene Product wurde zum Entfernen von etwas beigemengter Säure mit Natriumcarbonatlösung behandelt. Der Rückstand war dann vollständig in Natron löslich; es war also der wohl zuerst entstandene Methyläther des Oxybenzophenons vollkommen entmethylirt. Dem aus der alkalischen Lösung ausgefällten *o*-Oxybenzophenon, welches sich flüssig ausschied, war noch in geringer Menge ein höher schmelzendes Product beigemengt, das in Lignoïn schwer löslich ist, während das Oxybenzophenon sich darin leicht löst. Aus Alkohol erhielten wir letzteres in Krystallen, welche bei 37° schmolzen und welche in Betreff der Eigenschaften mit dem von Heibner¹⁾ aus Benzotrichlorid und Phenol, sowie von uns aus *o*-Aminobenzophenon erhaltenen *o*-Oxybenzophenon übereinstimmt. Heibner hatte den Schmelzpunkt bei 41° und wir bei 39 bis 40° gefunden. Da wir damit beschäftigt sind, unsere Methode genau auszuarbeiten, so werden wir den Schmelzpunkt noch schärfer feststellen.

Ueber die Natur des in Lignoïn schwerlöslichen und bei 127° schmelzenden Nebenproducts können wir noch nichts Bestimmtes angeben, die Analysen entsprechen am besten einem Dioxybenzophenon. Es löst sich in Alkalien mit gelber Farbe und lässt sich gut aus Alkohol krystallisiren.

Genau so wie wir aus dem Amidobenzophenon durch Erhitzen mit Bleioxyd Acridon erhalten hatten, konnten wir beim Erwärmen des *o*-Oxybenzophenons mit Bleioxyd die Bildung von Xanthon nachweisen.

Zur Gewinnung der zu unseren Versuchen nothwendigen Methylsalicylsäure haben wir die von dem Einen von uns aufgefundene Methode vereinfacht. Anstatt die Natriumverbindung des salicylsauren Methyls mit Jodmethyl in zugeschmolzenen Röhren zu erwärmen, haben wir dieselbe mit methylschwefelsaurem Natron in einer Retorte erhitzt. Es destillirt der Methylester der Methylsalicylsäure, den man von etwas beigemengtem salicylsaurem Methyl durch kalte Natronlauge trennt und dann verseift.

¹⁾ Diese Berichte 24, 3685.