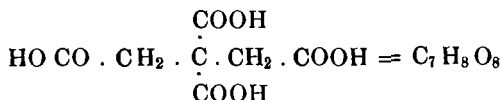


selbe schlecht krystallisirte, wurde sie mit Ammoniakwasser neutralisirt, die Lösung durch Bleiacetat gefällt, das Bleisalz durch Schwefelwasserstoff zerlegt und das Filtrat vom Schwefelblei auf dem Wasserbad eingedampft. Der Rückstand war farblos und schmolz nach dem Waschen mit kaltem Aether bei 143° unter Kohlensäureentwicklung. Vermuthlich liegt hier Isallylentetracarbonsäure¹⁾ vor.



Analyse: Ber. für $\text{C}_7 \text{H}_8 \text{O}_8$.

Procente: C 38.18, H 3.63.

Gef. » » 37.90, » 4.65.

Ber. für $\text{C}_8 \text{H}_{10} \text{O}_8$. (Butantetracarbonsäure).

Procente: C 41.03, H 4.27.

Die im Vorstehenden beschriebenen Versuche, deren Ausführung ich zum Theil Hrn. Schneider zu danken habe, zeigen, dass die Grenze erreicht ist, über welche hinaus eine quantitative Aufklärung der Verkettungserscheinungen bei Malonestercombinationen nicht mehr möglich ist. Meine nächste Abhandlung wird zeigen, dass auch Verkettungsversuche, welche mit dem Diäthyl-disulfonmethan (I), einem dem Malonester (II) ähnlichen Körper:



angestellt wurden, abnorm verlaufen können.

309. Victor Fritz: Darstellung des Diphenacyls.

[Aus dem I. Berliner Universitäts-Laboratorium.]

(Eingegangen am 26. Juni.)

In einer früheren Mittheilung²⁾ habe ich eine Bildungsweise von Diphenacyl aus Bromdiphenacyl, welches letzteres aus Bromacetophenon durch alkoholische Natronlange leicht erhalten wird, beschrieben.

Die Reduction des Bromdiphenacyls zum Diketon wurde damals in Alkohol mit Zinkstaub ausgeführt; man gelangte direct zu einem bromfreien Product, allein die Ausbeute betrug nie mehr als 20 pCt. der Theorie. Spätere Versuche, die mit verschiedenen Reductionsmitteln angestellt wurden, zeigten nun, dass bei Anwendung von Magnesiumpulver die Bildung des Diphenacyls viel glatter verläuft,

¹⁾ C. A. Bischoff, Ann. d. Chem. 214, 63.

²⁾ Diese Berichte 28, 3033.

indem durchschnittlich 70 pCt. der theoretischen Menge erhalten werden. Man verfährt zweckmässig folgendermaassen:

1 Th. Bromdiphenacyl wird in 50 Th. 96proc. Spiritus gelöst und mit 2—3 Th. Magnesiumpulver 3 Stunden gekocht; die filtrirte Lösung wird auf $\frac{1}{3}$ ihres Volumens eingedampft und in der Kälte der Krystallisation überlassen. Das Diphenacyl scheidet sich in schwach gelb gefärbten Nadeln ab.

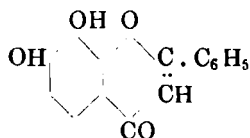
Allerdings ist dieses Product nicht ganz frei von Brom; nach einer Bestimmung enthielt es noch 0.8 pCt. Halogen. Es gelingt zwar durch energische Reduction auch die letzten Reste der Bromverbindung zu zerlegen, aber nur unter gleichzeitiger bedeutender Verringerung der Ausbeute; man unterbricht daher am besten die Operation, wie oben vorgeschrieben, wenn die Umsetzung nahezu vollendet ist, und reinigt das Rohproduct durch öfteres Umkrystallisiren aus wenig Alkohol; so erhält man immer noch 50 pCt. der Theorie an reiner Substanz.

Zur Bereitung des Diphenacyls behandelten Paal und Kapf¹⁾ den Phenacylbenzoylessigäther, ein an sich schon theures Material, in alkoholischer Lösung mit Aetzkali; nach 8—10 Tagen hatten sich 26—32 pCt. der Theorie an Diketon gebildet; frühere Versuche, wie die von Claus und Werner²⁾ ergaben noch ungünstigere Resultate. Die neue Darstellungsmethode ist deshalb durch Billigkeit und Erzielbarkeit den älteren Verfahren weit überlegen.

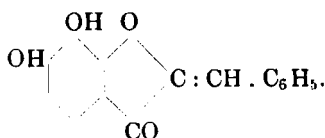
310. P. Friedlaender und H. Rüdts: Ueber Flavonderivate. II.

(Eingegangen am 25. Juni.)

Vor Kurzem³⁾ berichteten wir über die Bildung einer Verbindung, welche durch Einwirkung von Benzaldehyd auf Chloracetopyrogallol, $C_6H_2(OH)_3COCH_2Cl$, bei Gegenwart von Alkalien, oder aus Anhydroglycopyrogallol, $C_6H_2(OH)_2 < \overset{O}{\underset{\parallel}{CO}} > CH_2$, durch Säuren oder Alkalien entsteht. Wir betrachteten dieselbe als ein Isomeres des Chrysin und hielten die Formel I für den wahrscheinlichsten Ausdruck ihrer Constitution:



I.



II.

¹⁾ Diese Berichte 21, 3056.

²⁾ Diese Berichte 20, 1374.

³⁾ Diese Berichte 29, 878.