

gewinnen. Wie gleichzeitig mitgeteilt wird,¹ ist der Reaktionsverlauf in unserem Falle insofern ein anderer, als nicht durch Barium-, wohl aber durch Alkalihydroxyd die Umsetzung in dem gewünschten Sinne erfolgt.

4. Darstellung von Melilotsäure aus Chlorphenylpropionsäure.

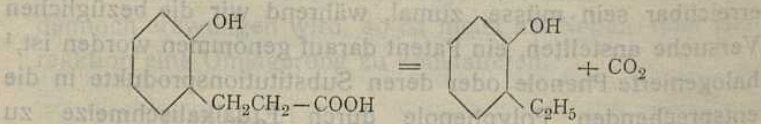
100 g Chlorhydrozimtsäure werden mit 200 g Natriumhydroxyd und 200 cm³ Wasser 22 Stunden lang auf 245 bis 250° erhitzt.

Nach dem Öffnen des Autoklaven findet sich in dem Nickelbecher, in dem die Reaktion ausgeführt wird, eine bräunliche Flüssigkeit von schwachem Phenolgeruch. Man verdünnt, filtriert von kleinen Mengen Harz und säuert an. Wenn die Reaktion beendet und keine Chlorhydrozimtsäure mehr vorhanden ist, muß dabei eine klare oder höchstens schwach getrübe Lösung entstehen.

Die Titration des in der Flüssigkeit vorhandenen Chlors ergibt dann, daß alles Halogen in Ionenform übergeführt worden ist.

Aus der sauren Lösung läßt sich die Melilotsäure durch oftmaliges Ausschütteln mit Äther isolieren. Ausbeute über 90 %.

Um die Melilotsäure in ihr Anhydrid überzuführen, erhitzt man sie einige Zeit auf den Siedepunkt und destilliert dann, wobei das abgeschiedene Wasser tunlichst abgetrennt wird. Nach nochmaligem Destillieren ist das Anhydrid schon so rein, daß es beim Abkühlen vollständig zu einer bei 20 bis 25° schmelzenden Masse erstarrt. Es enthält aber dann noch immer Spuren von als Nebenprodukt entstandenem Orthoäthylphenol, dessen Bildung nach der Gleichung



¹ G. Lasch, a. a. O.