

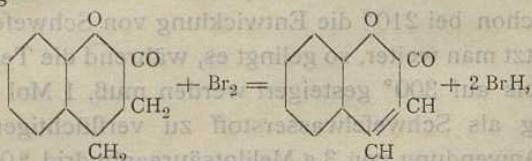
leicht verständlich ist. Will man die letzten Spuren dieser Verunreinigung entfernen, so muß man das Melilotsäureanhydrid unter starkem Abkühlen mit Petroleumpentan verreiben und in der Kälte abpressen. Das nach dieser Reinigung nochmals im Vakuum destillierte Melilotsäureanhydrid bleibt auch längere Zeit, natürlich im geschlossenen Gefäße, dem Lichte ausgesetzt, vollkommen farblos, während sich Spuren noch vorhandenen Phenols durch das Auftreten einer Rosa-färbung bemerkbar machen.

### 5. Überführung des Melilotsäureanhydrids in Cumarin

Wie schon mitgeteilt, muß zur Dehydrierung des Melilotsäureanhydrids, wenn Brom als wasserstoffabspaltendes Agens verwendet werden soll, eine um 100° höhere Temperatur angewendet werden als die von Hochstetter vorgeschriebene.

#### Darstellung von Cumarin mittels Bromdampfes.

Die Dehydrierung des Hydrocumarins erfolgt nach der Gleichung



wenn ein langsamer Strom von Bromdampf (1 Mol) über auf 270 bis 300° erhitztes Melilotsäureanhydrid geleitet wird. Die Erscheinungen sind ganz die gleichen wie bei der nach Hochstetter ausgeführten Reaktion, nur daß hier wirklich neben zirka 20% Harz reines, nicht bromiertes Cumarin erhalten wird.

Den Schmelzpunkt des durch Wasserdampfdestillation und durch Umkrystallisieren aus Petroläther gereinigten Cumarins fanden wir bei 71°.

#### Darstellung von Cumarin mittels Chlors.

In ganz gleicher Weise wie mittels Broms läßt sich auch durch Chlor die Abspaltung von 2 Wasserstoffatomen aus dem Dihydrocumarin ausführen.