

Reaktionsprodukt mit  $25\text{ cm}^3$  Wasser und  $100\text{ cm}^3$  zweimal normaler Schwefelsäure zerlegt, ausgeäthert und die ätherische Lösung mit Natriumsulfat getrocknet.

Nach Abdampfen des Äthers verbleibt ein Rückstand sirupösen Aussehens, der auch nach wochenlangem Verweilen über Schwefelsäure oder tagelangem Stehen in Winterkälte nicht fest wird, verändert sich auch nicht beim Impfen mit krystallisiertem Benzalvalerolacton und stellt wahrscheinlich die Oxyssäure dar.

Beim verlängerten Erwärmen des Ätherrückstandes auf dem Wasserbade scheidet sich Wasser ab; ohne dasselbe zu trennen, wird der Kolben mit freier Flamme erhitzt, bis ein eingetauchtes Thermometer nicht  $200^\circ$  anzeigt, wobei hauptsächlich Wasser übergeht. Bei der Destillation des Rückstandes ( $34.5\text{ g}$ ) unter  $15\text{ mm}$  Quecksilberdruck geht bis  $204^\circ$  ein Vorlauf von  $6.4\text{ g}$  über, in welchem etwas Benzoesäure festgestellt wurde; von  $204$  bis  $210^\circ$  Destillierendes wird für sich aufgefangen ( $21.4\text{ g}$ ). Das dickflüssige, hell zitronengelbe Destillat erstarrt nach einiger Zeit von selbst oder erst nach Einführen eines Krystallsplitters;  $Kp_{15} = 204$  bis  $205^\circ$  (korr.).

In der wässrigen Lösung bleibt praktisch nichts über; bei unvollständiger Erschöpfung mit Äther scheidet sich beim Erwärmen ein Öl ab, welches bei der Destillation ebenfalls Benzalvalerolacton liefert.

Das rohe Benzalvalerolacton ( $Kp_{15} = 204$  bis  $210^\circ$ ) enthält ölige Beimengungen, schmilzt bei  $49$  bis  $55^\circ$ , ist in allen gebräuchlichen organischen Lösungsmitteln sehr leicht löslich und wird durch mehrmaliges Umkrystallisieren aus viel Ligroin gereinigt. Es krystallisiert in  $2$  bis  $3\text{ cm}$  langen, sehr feinen Prismen, sieht wie Glaswolle aus und bildet leicht übersättigte Lösungen. Wenn rein, läßt es sich aus verdünntem Alkohol umkrystallisieren (kurze Prismen); im Wasser ist es kaum löslich. Beim Erwärmen erweicht es bei  $58^\circ$  und schmilzt von  $61.5$  bis  $62^\circ$ .

Die Analyse ergab folgende Werte:

$0.2340\text{ g}$  Substanz:  $0.6552\text{ g CO}_2$  und  $0.1309\text{ g H}_2\text{O}$ .