

Es ist klar, dass sie sich durch Elimination von Wasser aus der Santonsäure bildet. Sie bildet sich nicht in der ersten Periode der Einwirkung von Jodwasserstoff und Phosphor auf Santonsäure, sondern erst nach einigen Tagen und so lange noch Santonsäure vorhanden ist, die sich nicht in Kohlenwasserstoff und Jodid verwandelt hat.

St. Canizzaro.

Chemisches Institut der k. Universität in Rom.

**318. W. Weith und R. Bindschedler: Ueber eine neue Bildungsweise der Phtalsäure.**

(Eingegangen am 30. Juli.)

In der unter der Leitung des Einen von uns stehenden Alizarin-fabrik (Bindschedler u. Busch in Basel) wurden gelegentlich der Darstellung von Anthrachinonsulfosäure beträchtliche Mengen eines in grossen, farblosen Nadeln sublimirenden Körpers erhalten, der sich in siedendem Wasser löste und daraus in glänzenden Schuppen krystallisirte. Letztere erwiesen sich bei näherer Untersuchung als Phtalsäure. Der Schmelzpunkt der Säure wurde zu  $182^{\circ}$  gefunden, bei höherer Temperatur fand Wasserdampfentwicklung statt und sublimirten lange farblose Nadeln von Phtalsäureanhydrid, dessen Schmelzpunkt genau bei  $129^{\circ}$  lag. Die Identität mit Phtalsäureanhydrid wurde überdiess durch eine Analyse bestätigt:

	Gefunden.	Berechnet für $C_8 H_4 O_3$ .
Kohlenstoff	64.56 pCt.	64.86 pCt.
Wasserstoff	2.72 -	2.70 -

Das Anhydrid löste sich nicht in kalter, leicht in siedender Sodalösung, die daraus abgeschiedende Säure zeigte wieder die charakteristischen Schmelzerscheinungen der Phtalsäure. Durch Neutralisiren der Säure mit Doppelspathpulver wurde das Calciumsalz dargestellt. Es krystallirte in farblosen glänzenden Prismen, die schon auf dem Wasserbade den grössten Theil ihres Krystallwassers verloren und bei  $160^{\circ}$  getrocknet, genau die Zusammensetzung des Calciumphtalats hatten:

	Gefunden.	Berechnet für $C_8 H_4 Ca O_4$ .
Calcium	19.68 pCt.	19.60 pCt.

Auch das Bariumsalz verhielt sich in Bezug auf Eigenschaften und Zusammensetzung genau wie es Th. Hermann vom Bariumphtalat beschreibt. Durch Sublimation des Ammonsalzes wurden leichte, farblose Blättchen von Phtalimid erhalten, die aus Wasser in zolllangen, farblosen Nadeln anschossen.

Was die näheren Umstände angeht, unter denen die Phtalsäure, resp. ihr Anhydrid, sich bildet, so wurde dasselbe als Nebenprodukt beim Erhitzen von 1 Theil gereinigtem Anthrachinon mit 3—4 Theilen rauchender Schwefelsäure auf 270° erhalten. Der Prozcß wird in einem Kessel vorgenommen, der mit einem Abzugsrohr versehen ist; in letzterem verdichtet sich das Anhydrid. Seine Menge beträgt oft bis zu 10 pCt. vom Gewicht des angewandten Chinons. Letzteres wird vor der Umwandlung in Sulfosäure, durch Erhitzen mit Schwefelsäure auf 130°, Auskrystallisiren lassen und Auswaschen gereinigt.

Da es nicht unmöglich erschien, dass die Phtalsäure vielleicht von vornherein dem Anthrachinon beigemischt war, behandelten wir eine grössere Menge des Chinons, wie es die Fabrik anwendet mit siedender Sodalösung, es ging in dieselbe, wie wir uns durch sorgfältige Prüfung überzeugten keine Spur von Phtalsäure über.

Um direkt zu beweisen, dass die Phtalsäure wirklich durch die Einwirkung der heissen Schwefelsäure auf Anthrachinon sich bildet, haben wir zu einem Versuche im kleineren Massstabe völlig reines Anthrachinon angewandt. Dasselbe war aus ganz reinem Anthracen in gewöhnlicher Weise dargestellt und durch Sublimation gereinigt worden. Es bildete hellgelbe, fast farblose Nadeln, die sich als frei von Phtalsäure erwiesen und den richtigen Schmelzpunkt des Anthrachinons (275°) besaßen. Dasselbe wurde mit 4 Theilen rauchender Schwefelsäure im Oelbade während 6 Stunden auf 270° erhitzt. Es fand Entwicklung geringer Mengen von schwefliger Säure statt, und es sublimirten farblose, zolllange Nadeln, die nach Schmelzpunkt (129°) und übrigen Eigenschaften sich als Phtalsäureanhydrid erwiesen. Sie lösten sich in heisser Natriumcarbonatlösung und durch Ansäuern und Ausschütteln mit Aether konnte reine Phtalsäure erhalten werden, die durch ihre Eigenschaften, sowie die ihrer Salze leicht zu charakterisiren war. Ihre Menge betrug 8—9 pCt. vom Gewicht des angewandten Anthrachinons.

Es darf wohl diese Bildung der Phtalsäure als directer Beweis für die, jetzt gewiss allgemein adoptirte, Auffassung des Anthrachinons als Keton der Phtalsäure betrachtet werden.

Der mit der Bildung der Anthrachinonsulfosäuren parallel laufende Vorgang findet seinen einfachsten Ausdruck in der Gleichung:



