

von denen eine Probe, auf Ton gepreßt, bei 158 bis 163° schmolz. Von den Krystallen wurde die Mutterlauge abgegossen und das Rohprodukt unter Zusatz von Tierkohle aus Methylalkohol umkrystallisiert, Schmelzpunkt 164 bis 165°. Nochmals umkrystallisiert aus viel Methylalkohol: Schmelzpunkt 171 bis 172°. Mit normalem Ester vom Schmelzpunkt 172° gemischt, Schmelzpunkt unverändert.

#### Pentachlorbenzoylbenzoesäure aus Tetrachlorphthalsäureanhydrid und Chlorbenzol.

25 g Tetrachlorphthalsäureanhydrid wurden mit 400 g Chlorbenzol im Ölbad auf 140° erhitzt. In kleinen Portionen wurden 50 g fein gepulvertes Aluminiumchlorid eingetragen, worauf völlige Lösung des Anhydrids erfolgte. Die Lösung wurde 3 Stunden im Sieden erhalten, etwas abkühlen gelassen, zirka 200 g Wasser dazugegeben und das Chlorbenzol mit Wasserdampf übergetrieben. Von der zurückbleibenden erstarrenden Masse wurde die salzsäurehaltige Flüssigkeit abgegossen, mit Wasser gewaschen, dann stark verdünnte Sodaauslösung zugegeben und wieder Wasserdampf eingeleitet. Die Lösung wurde wiederholt vom Ungelösten abfiltriert und das Filtrat angesäuert. Der Niederschlag wurde abgesaugt und mit Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen an der Luft wurde in wenig Eisessig gelöst.

Aus der Eisessiglösung krystallisiert die Säure in weißen Flocken (theoretische Ausbeute: 32 g). Ihr Schmelzpunkt war bei 140 bis 142°, einmal umkrystallisiert bei 162 bis 165°. Ein Teil der rohen Säure wurde mit Wasser ausgekocht, worauf der Schmelzpunkt bis auf 162 bis 165° stieg. Das Verfahren wurde wiederholt und nun schmolz die Säure unverändert bei 162 bis 165°. Nun wurde aus Eisessig umkrystallisiert und der Schmelzpunkt war wiederum bei 165°. Auch nach einmaligem Umkrystallisieren aus Alkohol änderte er sich nicht mehr.

#### Der Pseudoester

wurde in bekannter Weise aus dem Chlorid dargestellt, doch konnte er nicht zum Krystallisieren gebracht werden.