

gab 28.39 pCt. Baryum. Ein saures Salz würde nur 17.41 pCt. enthalten.

Es war deshalb, trotz des grossen Ueberschusses von Essigsäure, fast ausschliesslich neutrales Salz gebildet worden.

Besonders schön bekommt man das Salz in folgender Weise: eine kleine Menge der Säure wird in überschüssigem Ammoniak oder Soda gelöst, ein sehr grosser Ueberschuss von verdünnter Essigsäure zugegeben, zum Kochen erhitzt und mit Chlorbaryum gefällt. Das Salz scheidet sich allmählich ab in schönen, kleinen, orangegelben, sternförmig gruppierten Prismen, die in der Flüssigkeit, etwa wie Jodblei, glänzen. Selbst sehr kleine Mengen der Säure geben diese Reaktion noch deutlich.

Als Claisen und ich vor einiger Zeit Metanitrophenylglyoxylsäure mit Eisenvitriol reducirten<sup>1)</sup>, fanden wir nur Metaisatinsäure und keine *m*-Azophenylglyoxylsäure. Dieses ist jetzt leicht erklärlich, da wir Barythydrat und Eisenvitriol angewendet hatten. Alle Azosäure musste als unlösliches Baryumsalz in der Fällung gewesen sein, die wir nicht untersuchten.

Bonn, Chemisches Institut.

## 250. Kachler und F. V. Spitzer: Ueber Bromdinitromethan.

(Eingegangen am 31. Mai.)

Vor einiger Zeit hat Losanitsch angegeben (diese Berichte 1882, 471; 1883, 51), dass er durch Einwirkung von Salpetersäure auf Tribromanilin, sowie auf Aethylenbromid, Dibromdinitromethan  $\text{CBr}_2(\text{NO}_2)_2$  erhalten hat. Dasselbe sei eine leicht bewegliche Flüssigkeit, welche in alkoholischer Lösung mit wässriger Kalilauge behandelt, ein gut krystallisirendes Salz von der Zusammensetzung  $\text{CKBr}(\text{NO}_2)_2$  liefert.

Auch wir erhielten beim Destilliren von  $\alpha$ -Bibromcampher (Schmelzpunkt  $61^\circ \text{C.}$ ) mit Salpetersäure ein brom- und stickstoffhaltiges Oel von stechendem Geruch, dessen Analyse ergab, dass es ein Gemenge von Monobromdinitromethan  $\text{CHBr}(\text{NO}_2)_2$  und einem bromreicheren Körper sei. Beim Behandeln mit alkoholischer Kalilauge schied sich sofort ein gelbes, krystallinisches Salz aus, welches durch Umkrystallisiren aus heissem Wasser vom beigemengten Bromkalium getrennt und in schönen Krystallen erhalten werden kann. Dasselbe ist nach der Formel  $\text{CKBrN}_2\text{O}_4$  zusammengesetzt.

Wenn man die vom abgeschiedenen Kaliumsalz abfiltrirte, alkoholische Lauge destillirt und den übergelassenen Alkohol mit Wasser

<sup>1)</sup> Diese Berichte XII, 1946.

stark verdünnt, so scheiden sich nach längerem Stehen farblose, leicht sublimationsfähige Krystalle aus, die den Schmelzpunkt von  $93^{\circ}$  C. zeigen und sich als Tetrabromkohlenstoff erwiesen haben.

Das von uns erhaltene Kaliumsalz ist offenbar mit dem von Losanitsch beschriebenen identisch. Dieses soll nun nach den weiteren Angaben von Losanitsch beim Behandeln mit Säuren auffallender Weise Dibromdinitromethan liefern. Es ist uns trotz mehrfacher Versuche nie gelungen, diesen Körper aus dem reinen Kaliumsalz darzustellen; wir erhielten stets ein Produkt, das wie die ursprüngliche Substanz bei der Analyse Zahlen ergab, welche zwischen den für Mono- und Dibromdinitromethan berechneten liegen. Wird das so erhaltene Oel gelinde auf dem Wasserbade erhitzt, so sublimiren daraus Krystalle von Tetrabromkohlenstoff. Die aus dem Kaliumsalz  $\text{CKBr}(\text{NO}_2)_2$  abgeschiedene Substanz ist demnach, wie zu erwarten war, nicht Dibromdinitromethan  $\text{CBr}_2(\text{NO}_2)_2$ , sondern wahrscheinlich Monobromdinitromethan  $\text{CHBr}(\text{NO}_2)_2$ , welches Tetrabromkohlenstoff enthält. Unsere Versuche, das Monobromdinitromethan rein darzustellen, scheiterten an dem Umstande, dass diese Verbindung durch Wärme und Licht leicht eine theilweise Zersetzung; unter Bildung von Tetrabromkohlenstoff, erleidet.

Wir werden auf diesen Gegenstand in einer ausführlicheren Abhandlung, worin wir die Produkte der Einwirkung von Salpetersäure auf die beiden isomeren Bibromcampher beschreiben wollen, noch eingehender zurückkommen.

Wien, Universitätslaboratorium des Prof. A. Lieben,  
am 30. Mai 1883.

## 260. H. Schröder: Ueber die mehrfache Gleichheit der Siedepunkte von Ketonen entsprechenden Estern und Chloranhydriden.

(Eingegangen am 20. Mai; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

§ 1. Es ist mir eine Reihe sehr einfacher und sehr merkwürdiger Siedepunctsbeziehungen aufgefallen, welche meines Wissens bis jetzt nirgends hervorgehoben und noch nicht beachtet worden sind. Ich lege hier zunächst eine dieser Regelmässigkeiten vor, welche sich auf Ketone, Ester und Chloranhydride bezieht. Um in Beziehung auf die Literatur nicht zu weitläufig zu sein, gebe ich ausser dem Namen des Beobachters in der Regel nur den Jahrgang und die Seitenzahl des Jahresberichtes der Chemie (J.-B.) an, in welchem die Beobachtung und die betreffende Literatur mitgetheilt sind. S bezeichnet den Siedepunkt.

§ 2. Die Siedepunkte der entsprechenden Methylketone, Methyl ester und Chloranhydride sind völlig gleich: