

Es zeigt sich demnach daraus, dass in diesem Falle, trotz der auftretenden Druckerhöhung, die Dissociation bis zu Ende vollständig verläuft. Nach beendigtem Versuche und Abkühlen des Röhrcbens auf die Zimmertemperatur konnte man wahrnehmen, dass der Rohrinhalt um 2.5—3 mm über das ursprüngliche Volumen sich vermehrt hat und die Flüssigkeit augenscheinlich beweglicher geworden ist wie $\text{Cl} \cdot \text{CO} \cdot \text{OC}_2\text{H}_5$. In den abgekühlten Röhrcben herrscht ein grosser Druck, denn beim Zerschmettern derselben an der Wand entsteht ein Knall wie beim Pistolenschuss.

Die erhaltenen Resultate stimmen mit den berechneten nahe überein. Eine grössere Uebereinstimmung kann man wohl nicht erwarten, denn die kritische Temperatur des $\text{C}_2\text{H}_5\text{Cl}$ ist zweifelsohne zu niedrig angegeben worden; jedenfalls werden die erhaltenen Resultate die Richtigkeit der von mir angegebenen Berechnungsformel beinahe befürworten, denn bei vorhandenen Abweichungen sind dieselben bloss unbedeutend.

Lemberg. Chemisch-techn. Laborat. d. k. k. Techn. Hochschule.

619. William Orren Emery: Ueber den β -Acettricarballylsäureester.

[Mittheilung aus dem Chemischen Institut der Universität Bonn.]

(Eingegangen am 17. December.)

Durch Einwirkung von Chloressigester auf die in Benzol gelöste Natriumverbindung des Acetbernsteinsäureesters, hat Michle¹⁾ den β -Acettricarballylsäureester dargestellt, es ist ihm jedoch nicht gelungen, diesen Ester in reinem Zustande zu isoliren.

Gelegentlich der Darstellung grösserer Mengen des Acetbernsteinsäureesters aus Acetessigester und Bromessigester²⁾ entstanden beträchtliche Mengen von β -Acettricarballylsäureester, welchen ich leicht in reinem Zustande erhielt, indem ich das Gemisch von Acetbernsteinsäureester und β -Acettricarballylsäureester unter stark vermindertem

¹⁾ Ann. Chem. Pharm. 190, 322.

²⁾ Es empfiehlt sich überhaupt, bei den Reactionen, wo Chloressigester zur Anwendung kommt, den Bromessigester zu gebrauchen, hauptsächlich weil letzterer bedeutend leichter wie der Chloressigester in Reaction tritt. Der Bromessigester setzt sich augenblicklich mit Natriumacetessigester, sowie Natriummalonsäureester um. Dadurch werden Zersetzungen, welche durch längeres Kochen verursacht werden, fast gänzlich vermieden.

Druck rectificirte. Der β -Acettricarballylsäureester siedet unter einem Druck von etwa 16 mm constant bei 190° (Temp. des Bades 205°).

Die Elementaranalyse gab folgende Zahlen:

0.1515 g Substanz ergaben 0.3076 g Kohlensäure und 0.1014 g Wasser.

	Ber. für $C_{14}H_{22}O_7$	Gefunden
C	55.63	55.37 pCt.
H	7.28	7.43 »
O	37.08	— »

Das specifische Gewicht beträgt:

$$d \frac{20}{4} = 1.12141.$$

Wird der β -Acettricarballylsäureester mit Phenylhydrazin vermischt, und zwar im Verhältniss gleicher Moleküle, so findet in der Kälte augenscheinlich keine Reaction statt. Erhitzt man dagegen auf dem Wasserbade, so entweicht Wasser und beim Erkalten erstarrt das Reactionsproduct blättrig krystallinisch. Die Krystalle, zuerst aus Schwefelkohlenstoff, dann aus Essigester umkrystallisirt, ergaben kleine Prismen vom Schmelzpunkt $100-101^{\circ}$. Die Analyse führte zur Formel: $C_{18}H_{22}N_2O_5$.

0.2451 g Substanz ergaben folgende Data: Barom. = 759, Temp. = 3° , Vol. = 14.6 ccm.

	Ber. für $C_{20}H_{28}N_2O_6$	Gefunden
N	7.14	7.34 pCt.

Es ergibt sich aus diesen Zahlen, dass das Hydrazon des β -Acettricarballylsäureesters vorliegt.

Bonn, den 12. December.

620. William Orren Emery: Ueber eine neue Synthese der Tricarballylsäure, sowie einiger anderer Säureester.

[Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Bonn.]

(Eingegangen am 17. December.)

Die Monochlorbernsteinsäure lässt sich nach der Methode von Anschütz und Bennert¹⁾ sehr bequem darstellen, nämlich durch Erhitzen von Fumarsäure mit Salzsäure in Eisessig. Will man die Fumarsäure aus der Aepfelsäure bereiten, so kann das Rohproduct

¹⁾ Ann. Chem. Pharm. 254, 156; diese Berichte XV, 642.