

4. *Brom-oxalessigester.*

Operirt man genau wie bei Bromacetessigester, also in Normalnatronlösung, so beträgt die Ausbeute aus $\frac{1}{40}$ Mol = 4.7 g Oxallessigester, 4.0 g nicht destillirten Bromoxalessigester. Besser ist die Ausbeute (5.5 g aus der gleichen Menge Ausgangsproduct), wenn man den Oxalessigester nicht in Normalnatronlauge löst, sondern in der berechneten Menge Soda ($\frac{1}{80}$ Mol) in 100 ccm eiskaltem Wasser. Diese Lösung ist im Gegensatz zu der gelb gefärbten in Natronlauge fast farblos und reagirt in der gleichen Weise.

Die aus den beiden Operationen erhaltenen 9.5 g Rohproduct lieferten bei der Destillation unter 11 mm Druck neben Vor- und Nach-Lauf, 3 g zwischen 140—145° siedenden Bromoxalessigester, dessen Siedepunkt von W. Wislicenus¹⁾ zu 144—147° unter 8—12 mm Druck angegeben wird. — Im Nachlauf, welcher bis 165° übergang, war wahrscheinlich auch Dibromoxalessigester (Siedepunkt nach Wislicenus 165—168° bei etwa 20 mm Druck) vorhanden.

Die Herren Dr. A. Bühner und Dr. G. van Oordt haben mich bei obigen Versuchen wieder auf's Beste unterstützt.

Heidelberg, April 1903.

¹⁾ Diese Berichte 22, 2912 [1889].

308. A. Waegner und A. Müller: Berichtigung.

(Eingegangen am 29. April 1903.)

Zur Zeit der Abfassung unserer kürzlich veröffentlichten Mittheilung über die volumetrische Bestimmung des Ceriums¹⁾ war uns keine Angabe über die Verwendung von Wismuttetroxyd zur Oxydation von Cerosalzlösungen bekannt. Inzwischen gelangten wir jedoch zur Kenntniss, dass in einer schon vor längerer Zeit erschienenen Abhandlung von W. Gibbs: »Notes on the oxides contained in Cerite, Samarskite, Gadolinite and Fergusonite« (Proceed. of the Americ. Acad. of Arts and Sciences 28, 260, auch: Americ. Chem. Journ. 15, 546 [1893]), bereits die Verwendung dieses Oxydationsmittels — allerdings nur zum qualitativen Nachweis des Ceriums — erwähnt wird. Die bezügliche Stelle (loc. cit. S. 264) lautet: »I may here state that a test for ceria more delicate than that which I gave many years since (PbO₂ and NO₂H) is obtained by employing the oxide of bismuth, Bi₂O₃, in place of plumbic oxide.«

¹⁾ Diese Berichte 36, 282 [1903].