

und das krystalline Gefüge aus. Dies kann man sich so vorstellen: Nur eine Hälfte des Ultramarin-Schwefels und ein kleiner Teil der Kieselsäure werden von der Natronlauge in Lösung gebracht; mehr gibt das stabile Ultramarin-Gitter nicht her. Diese Verluste an Schwefel und Kieselsäure bewirken die erste Aufhellung der Farbe (Stufe 1 und 2). Der noch im Molekül verbliebene halbe Schwefel-Anteil wird zu einem thionat-ähnlichen Komplex hydrolysiert, wobei die blaue Farbe vollständig verschwindet (Stufe 3—5). Gleichzeitig hat sich ein anderes Krystallgitter gebildet; in diesem ist der Thionat-Komplex durch räumliche Anordnung und seine Sauerstoffatome vor weiterem Angriff der Natronlauge geschützt.

336. Friedrich Schcnck: Über die *b*-Dinitro- α -truxillsäure und die Di- und Tetranitro- γ -truxillsäuren.

[Aus d. Organ. Abteil. d. Chem. Instituts d. Universität Rostock.]
(Eingegangen am 10. September 1934.)

Gelegentlich anderer Arbeiten wurde *o*-Nitro- γ -truxillsäure benötigt. Da die γ -Truxillsäure selber nur schwer nitriert wird, wurde entsprechend dem Verfahren von Stoermer und Emmel¹⁾ das γ -Anhydrid verwendet, jedoch, um möglichst die Nitrogruppen in die *o*-Stellung zu lenken, die konz. Schwefelsäure durch Essigsäure-anhydrid²⁾ ersetzt. Als Hauptprodukt entstand die bekannte, als Dinitro- γ -truxillsäure³⁾ bezeichnete Substanz. Der Zersetzungspunkt der reinen Säure liegt höher als 293°, wie Stoermer und Emmel angeben. Zwar läßt sich der Zersetzungspunkt durch Umkrystallisieren nur schwer über 290° bringen, auf dem Umwege über die Ester wird aber ein Zersetzungspunkt von 308—310° erreicht. Umlagerung tritt bei der Verseifung der Ester, die mit Schwefelsäure in starker Essigsäure vorgenommen wird, nicht ein, denn aus der durch Verseifung entstehenden Säure kann der ursprüngliche Ester wiedergewonnen werden. Die Nitrogruppen stehen in beiden Phenylen in *p*-Stellung, was durch Oxydation zur *p*-Nitro-benzoesäure erwiesen ist. (Ausbeute über 53% d. Th.)

Das durch Kochen der Säure mit Essigsäure-anhydrid gebildete *p, p'*-Dinitro- γ -truxillsäure-anhydrid⁴⁾ geht durch Methanol und Soda⁵⁾ in die *p, p'*-Dinitro- γ -truxill-methylester-säure über, die durch weiteres Verestern den auch direkt durch Veresterung der Säure erhaltenen Dimethylester liefert. Dadurch ist die *cis*-Stellung der beiden Carboxyle in der *p, p'*-Dinitro-truxillsäure vom Zers.-Pkt. 308—310° dargetan und die Zugehörigkeit zur γ -Truxillsäure-Reihe — es hätte ja bei der Nitrierung Umlagerung zur α -Säure-Form eintreten können — wahrscheinlich gemacht. Der so mittels der Ester geführte Beweis ist, da er sich auf den Vergleich wirklicher Schmelzpunkte gründet, sicherer, als der frühere

1) B. 53, 504 [1920].

2) O. N. Witt, Utermann, B. 39, 3901 [1906].

3) Und zwar entsteht wie bei dem Verfahren von Stoermer und Emmel aus dem γ -Anhydrid direkt die Säure.

4) Stoermer, Emmel, B. 53, 506 [1920].

5) Schcnck, B. 63, 2708 [1930].

Beweis⁶⁾, der zum Vergleich wohl die Zersetzungspunkte der noch unreinen Säuren benutzt, wobei natürlich leicht Irrtümer unterlaufen können.

Nach der älteren Literatur⁷⁾ könnte es scheinen, als ob die sog. *b*-Dinitro- α -truxillsäure mit der *p*, *p'*-Dinitro- γ -truxillsäure identisch ist. Von Stoermer⁸⁾ ist der Zers.-Pkt. der *b*-Dinitro- α -truxillsäure nunmehr zu 318—319⁰ ermittelt; er liegt damit noch höher als der Zers.-Pkt. der reinsten *p*, *p'*-Dinitro- γ -truxillsäure. Ebenso findet man den Schmp. des *b*-Dinitro- α -truxillsäure-dimethylesters (234—235⁰) wesentlich höher als bei dem *p*, *p'*-Dinitro- γ -truxillsäure-dimethylester (197⁰); Misch-Schmp. 184⁰. Beide Säuren sind also sicher verschieden.

Durch Oxydation der *b*-Dinitro- α -truxillsäure konnte *p*-Nitrobenzoesäure erhalten werden. Durch Kochen mit Essigsäure-anhydrid bildet die *b*-Dinitro- α -truxillsäure das *p*, *p'*-Dinitro- γ -truxillsäure-anhydrid, wie sich aus der Überführung in die *p*, *p'*-Dinitro- γ -truxillmethylester-säure und in den *p*, *p'*-Dinitro- γ -truxillsäure-dimethylester ergibt. Damit ist die *p*-Stellung der beiden Nitrogruppen in der *b*-Dinitro- α -truxillsäure festgelegt⁹⁾, und zugleich zeigt die Reaktion, daß sich die *b*-Dinitro- α -truxillsäure gerade so, wie die nicht nitrierte Säure in die γ -Konfiguration umlagern läßt.

Bei der Nitrierung des γ -Truxillsäure-anhydrides mit Salpetersäure-Essigsäure-anhydrid entstehen noch zwei weitere Dinitro-säuren vom Zers.-Pkt. 265⁰, die aus den Mutterlaugen isoliert werden können. Die eine der beiden Säuren, die leicht löslich in kaltem Äther ist, sei als *a*-Dinitro- γ -truxillsäure¹⁰⁾, die andere, die sich schwerer in Äther löst, als *b*-Dinitro- γ -truxillsäure¹¹⁾ bezeichnet. Nur die *a*-Dinitro-säure ist näher untersucht. Sie ist eine *cis*-Dicarbonsäure, da sie ein Anhydrid liefert, das über die Ester-säure in denselben Methylester übergeht, der auch durch direkte Veresterung entsteht. Vermutlich befindet sich eine der beiden Nitrogruppen in *o*-Stellung, es wäre demnach also eine *o*, *p'*-Dinitro- γ -truxillsäure. Die *b*-Dinitro- γ -truxillsäure könnte die isomere *p*, *o'*-Dinitro-säure darstellen, wenn sie, was noch zu erweisen wäre, überhaupt γ -Konfiguration hat.

Nitrierung des γ -Truxillsäure-anhydrides mit einer Mischung von rauchender Salpetersäure und konz. Schwefelsäure¹²⁾ führt bei Einhaltung bestimmter Bedingungen zur 2.4.2'.4'-Tetranitro- γ -truxillsäure. Die Stellung der Nitrogruppen ist durch Oxydation der Tetranitro-säure, die 2.4-Dinitrobenzoesäure liefert, erwiesen. Die *cis*-Stellung der Carboxyle und damit auch die Zugehörigkeit zur

⁶⁾ Stoermer, Emmel, B. 53, 505 [1920].

⁷⁾ Homans, Stelzner, Sukow, B. 24, 2590 [1891]; vergl. Stoermer, Emmel, B. 53, 505 [1920].

⁸⁾ Unveröffentlicht.

⁹⁾ Jessen, B. 39, 4087 [1906], behauptet, daß in der α - (soll wohl heißen *a*-) Dinitro- α -truxillsäure die beiden Nitrogruppen in *p*-Stellung stehen, weil aus der entsprechenden Amino-säure durch trockne Destillation *p*-Amino-zimtsäure erhalten ist. Daß in dieser Säure beide Nitrogruppen in *p*-Stellung sind, geht aus der Arbeit jedoch nicht genügend hervor, da die Ausbeute an *p*-Amino-zimtsäure nicht angegeben ist.

¹⁰⁾ Schmp. des Dimethylesters nach dem Trocknen 136—137⁰.

¹¹⁾ Schmp. des Dimethylesters nach dem Trocknen gegen 102—104⁰.

¹²⁾ vergl. Stoermer, Emmel, B. 53, 504 [1920].

γ -Truxillsäure-Reihe ist ebenso wie bei den Dinitro-säuren ermittelt: Der über das Anhydrid und die Ester-säure gewonnene Diäthylester ist mit dem durch direkte Veresterung gebildeten Diäthylester identisch.

Beschreibung der Versuche.

p, p'-Dinitro- γ -truxillsäure (Zers.-Pkt. 308—310°): 4 g γ -Truxillsäure-anhydrid werden in einer Mischung von 40 ccm konz. Salpetersäure ($d = 1.4$) und 40 ccm Essigsäure-anhydrid¹³) (Vorsicht! Kühlen, Acetanhydrid portionsweise in die Salpetersäure gießen) 2 Stdn. auf dem Wasserbade erwärmt und dann durch die 4-fache Menge Wasser gefällt (Mutterlauge s. unt.). Umkrystallisieren aus Alkohol-Wasser liefert eine Säure, die sich nach dem Waschen mit Äther bei 288—289° zersetzt. Die Säure ist jedoch nicht einheitlich, denn bei der Veresterung mit Diazomethan, Methanol- oder Äthylalkohol-Schwefelsäure entstehen stets Gemische von Estern, die sich erst durch mehrfache Krystallisation aus Methanol-resp. Äthylalkohol-Wasser reinigen lassen. Schmp. des reinen *p, p'*-Dinitro- γ -truxillsäure-dimethylesters 196.5—197°, des Diäthylesters 147 bis 147.5°. Durch 4-stdg. Erhitzen mit 6 ccm Eisessig, 3 ccm Wasser und 10 Tropfen konz. Schwefelsäure werden beide Ester zur *p, p'*-Dinitro- γ -truxillsäure verseift, die sich nach dem Umkrystallisieren aus Eisessig-Wasser und Waschen mit Äther nunmehr bei 308—310° zersetzt. Der Mischschmp. mit der rohen Säure vom Zers.-Pkt 289° liegt bei 295°¹⁴). Mit Diazomethan wird wieder der Methylester vom Schmp. 196—197° gewonnen.

7.179 mg Dimethylester: 0.430 ccm N (22.5°, 749 mm). — 6.972 mg Sbst.: 0.414 ccm N (23.5°, 765 mm).

$C_{20}H_{18}O_8N_2$ (414.26). Ber. N 6.76. Gef. N 6.82, 6.87.

Die Mutterlaugen werden mehrfach mit Äther ausgeschüttelt. Nach dem Verjagen des Äthers wird mit Benzol verrieben. Aus der Benzol-Lösung lassen sich nur Schmierer gewinnen, aus dem Rückstand jedoch sind durch mühevolleres Umkrystallisieren aus Äther-Petroläther und aus Alkohol-Wasser zwei Dinitro- γ -truxillsäuren vom Zers.-Pkt 265° isoliert worden, die durch die Buchstaben *a* und *b* unterschieden seien. Die *a*-Dinitro- γ -truxillsäure ist in kaltem Äther leichter löslich als die *b*-Dinitro- γ -truxillsäure.

Bei der Veresterung der Säuren mit Methanol-Schwefelsäure entstehen die Methylester. Der *a*-Dinitro- γ -truxillsäure-dimethylester schmilzt, frisch aus Methanol-Wasser krystallisiert, bei 111—112°. Durch 2-stdg. Trocknen mit P_2O_5 im Vakuum bei 100° steigt der Schmelzpunkt auf 136—137°.

9.802 mg Sbst.: 0.584 ccm N (24°, 764 mm). — 10.285 mg Sbst.: 0.613 ccm N (25°, 764 mm).

$C_{20}H_{18}O_8N_2$ (414.26). Ber. N 6.76. Gef. N 6.88, 6.86.

¹³) γ -Truxillsäure-anhydrid wird durch 3-stdg. Erhitzen mit konz. Salpetersäure ($d = 1.4$) auf dem Wasserbade nicht nitriert. Nach dem Verdünnen mit Wasser scheidet sich γ -Truxillsäure aus.

¹⁴) Die *p, p'*-Dinitro- γ -truxillsäure schmeckt, ebenso wie die *b*-Dinitro- α -truxillsäure, bitter.

Der *b*-Dinitro- γ -truxillsäure-dimethylester schmilzt gegen 102° bis 104° und verändert beim Trocknen seinen Schmelzpunkt nicht. Misch-Schmp. von *a*- und *b*-Dinitro-dimethylester etwa 95° .

8.418 mg Sbst.: 0.500 ccm N (25° , 758 mm). — 4.683 mg Sbst.: 0.283 ccm N (24° , 757 mm).

$C_{20}H_{18}O_8N_2$ (414.26). Ber. N 6.76. Gef. N 6.79, 6.92.

Durch 1-stdg. Kochen der *a*-Dinitro- γ -truxillsäure mit Essigsäureanhydrid wird das *a*-Dinitro- γ -truxillsäure-anhydrid gewonnen, das gegen kalte Sodalösung beständig ist. Zers.-Pkt. des Rohproduktes 253° . Kocht man das Anhydrid einige Minuten mit Methanol und Soda¹⁵⁾, so bildet sich die *a*-Dinitro- γ -truxill-methylester-säure vom Schmp. $179-180^{\circ}$. Durch weitere Veresterung mit Methanol-Schwefelsäure entsteht der obige Dimethylester vom Schmp. $136-137^{\circ}$; Misch-Schmp. 136° .

Titration der *a*-Dinitro- γ -truxill-methylester-säure: 29.46 mg verbraucht. 0.75 ccm $n/_{10}$ -NaOH; ber. 0.736 ccm $n/_{10}$ -NaOH.

Oxydation der *p*, *p'*-Dinitro- γ -truxillsäure vom Zers.-Pkt. $308-310^{\circ}$.

1 g Dinitro- γ -truxillsäure wird in 50 ccm Wasser unter Zusatz von etwas Soda gelöst und mit überschüssigem Kaliumpermanganat (3.8 g), portionsweise zugegeben, bis zur Entfärbung auf dem Wasserbade erhitzt. Nach dem Filtrieren säuert man an und äthert aus. Das Mangandioxyd wird mit Natriumbisulfit zersetzt und die Lösung gleichfalls ausgeäthert. Die vereinten Äther-Auszüge hinterlassen beim Verdunsten ein Säure-Gemisch. Durch Kochen mit Wasser können daraus über 0.359 g *p*-Nitro-benzoesäure (Misch-Schmp. und Überführung in den bei 96° schmelzenden Methylester) ausgezogen und von den 0.216 g unveränderter Dinitro- γ -truxillsäure, deren Schmp. noch bei $308-310^{\circ}$ liegt, getrennt werden. Ausbeute über 53% der umgesetzten Menge.

Kocht man das *p*, *p'*-Dinitro- γ -truxillsäure-anhydrid¹⁶⁾ einige Minuten mit etwas wasser-freier Soda und Methanol¹⁷⁾ und verdünnt dann mit Wasser, so fällt Salzsäure aus der wäßrigen Lösung die *p*, *p'*-Dinitro- γ -truxill-methylester-säure aus, die nach mehrmaligem Umkrystallisieren aus Methanol, ev. unter Zusatz geringer Mengen Wasser, nach dem Trocknen im Vakuum-Exsiccator bei $214-215^{\circ}$ schmilzt. Durch weiteres Verestern mit Methanol-Schwefelsäure entsteht der oben beschriebene *p*, *p'*-Dinitro- γ -truxillsäure-dimethylester vom Schmp. $196-197^{\circ}$. Das Acetanhydrid hat also keine Umlagerung bewirkt.

37.2 mg *p*, *p'*-Dinitro- γ -truxill-methylester-säure verbraucht. bei der Titration 0.93 ccm $n/_{10}$ -NaOH; ber. 0.929 ccm $n/_{10}$ -NaOH.

Die Oxydation der *b*-Dinitro- α -truxillsäure (Zers.-Pkt. 318°) wurde analog der Oxydation der *p*, *p'*-Dinitro- γ -truxillsäure durchgeführt. 1 g *b*-Dinitro- α -säure, mit 2.73 g Kaliumpermanganat oxydiert, lieferte 0.2 g *p*-Nitro-benzoesäure und 0.3 g unveränderte Nitro-truxillsäure.

Umlagerung der *b*-Dinitro- α -truxillsäure.

Kocht man *b*-Dinitro- α -truxillsäure 2 Stdn. mit Essigsäureanhydrid und destilliert einen Teil des Anhydrides ab, so erhält man nach

¹⁵⁾ Schenck, B. **63**, 2708 [1930].

¹⁶⁾ Stoermer, Emmel, B. **53**, 506 [1920].

¹⁷⁾ Schenck, B. **63**, 2708 [1930].

dem Zerlegen des Acetanhydrides mit Wasser ein bald erstarrendes Dinitrotruxillsäure-anhydrid, aus dem kalte Sodalösung keine Säure auswäscht. Nach dem Abpressen auf Ton, Trocknen im Exsiccator und Ausziehen mit etwas heißem Benzol¹⁸⁾ hinterbleibt ein gegen 232⁰ schmelzendes Pulver, das sich als *p, p'*-Dinitro- γ -truxillsäure-anhydrid erweist, da es durch Kochen mit Methanol und Soda¹⁹⁾ *p, p'*-Dinitro- γ -truxill-methylester-säure (214⁰) liefert und durch weiteres Verestern in den *p, p'*-Dinitro- γ -truxillsäure-dimethylester (196–197⁰) übergeht. Die Identität dieser beiden Ester mit den über die Dinitro- γ -säure gewonnenen ist durch Mischschmp. gesichert.

Nitrierung des γ -Truxillsäure-anhydrides zur 2.4.2'.4'-Tetranitro- γ -truxillsäure.

3 g γ -Truxillsäure-anhydrid werden in eine eiskalte Mischung von 3 ccm rauchender Salpetersäure und 10 ccm konz. Schwefelsäure vorsichtig eingetragen, so daß die Temperatur nicht über 10⁰ steigt. Dann erwärmt man kurze Zeit auf dem kochenden Wasserbade, bis alles in Lösung gegangen ist, gießt in Wasser, filtriert und wäscht mit kochendem Wasser eine geringe Menge Säure und gelb gefärbte Substanzen aus. Der Rückstand krystallisiert aus Eisessig-Wasser in schwach gelben Krystallen vom Zers.-Pkt. 238⁰. Diese Säure löst sich leicht in Soda- oder Natriumacetat-Lösung. Das Bariumsalz ist in Wasser gut löslich, wird aber durch Alkohol in feinen Nadeln gefällt. Die Säure ist leicht löslich in Äther, Aceton, Alkohol und Methanol, unlöslich bzw. schwer löslich in Benzol, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff und Petroläther.

Titration der Tetranitro- γ -truxillsäure: 0.1054 g verbraucht. 4.425 ccm n_{10} -Ba(OH)₂; ber. 4.436 ccm. — 0.1450 g verbraucht. 6.16 ccm n_{10} -Ba(OH)₂; ber. 6.10 ccm.

Wird mehr Salpetersäure verwendet und $\frac{1}{2}$ Stde. auf dem Wasserbade erwärmt, so enthält das Reaktionsprodukt mehr Stickstoff als der Tetranitro-säure entspricht. Arbeitet man aber unter mildernden Bedingungen, ohne die Nitrierung in der Hitze zu vollenden, so ist die Säure nicht hoch genug nitriert.

2.4.2'.4'-Tetranitro- γ -truxillsäure-dimethylester: Wird genau so wie der Diäthylester gewonnen, nur daß die Veresterung schon in $\frac{1}{2}$ Stde. zu Ende ist. Aus Methanol umkrystallisiert, schmilzt der Ester bei 188–189⁰ unt. Zers. Das Bad muß auf etwa 185⁰ vorher erwärmt sein, und man darf nicht zu langsam weiter erhitzen, sonst tritt schon vorher Zersetzung ein. Auch mittels ätherischer Diazo-methan-Lösung entsteht der Ester. Er scheidet sich, da er schwer löslich in Äther ist, sofort aus.

11.266 mg Sbst.: 1.065 ccm N (15⁰, 759 mm). — 6.942 mg Sbst.: 0.671 ccm N (22⁰, 778 mm).

C₂₀H₁₆O₁₂N₄ (504.29). Ber. N 11.14. Gef. N 11.19, 11.43.

2.4.2'.4'-Tetranitro- γ -truxill-äthylester-säure: Löst man Tetranitro- γ -truxillsäure in absol. Alkohol auf, fügt etwas konz. Schwefelsäure hinzu und läßt einige Tage bei Zimmer-Temperatur stehen, so scheidet sich die Äthylester-säure aus. Sie schmilzt zunächst gegen 120⁰. Durch Trocknen bei 80⁰ oder Krystallisieren aus heißem Alkohol steigt der Schmp. auf etwa 185–195⁰. Zur Entfernung geringer Mengen Di-esters

¹⁸⁾ Aus der Benzol-Lösung kann durch Zusatz von Petroläther ein niedrigschmelzendes Anhydrid gefällt werden, das nicht weiter untersucht wurde.

¹⁹⁾ Schenck, B. 63, 2708 [1930].

kann in verd. kalter Sodalösung gelöst werden. Zu starke Sodalösung ist zu vermeiden, da sich sonst ein schwer lösliches Natriumsalz abscheidet. Beim Erwärmen wird die Sodalösung braun. Die durch Säure gefällte Ester-säure zeigt nach dem Umkrystallisieren aus Äther den Schmp. 207—208°.

8.189 mg Sbst.: 0.789 ccm N (23°, 769 mm). — 7.014 mg Sbst.: 0.668 ccm N (23°, 769 mm).

$C_{20}H_{16}O_{12}N_4$ (504.29). Ber. N 11.14. Gef. N 11.24, 11.12.

2.4.2'.4'-Tetranitro- γ -truxillsäure-diäthylester: Zum Diäthylester gelangt man, wenn man in der Hitze mit nicht zu wenig Schwefelsäure verestert. Es ließen sich 5 g Tetranitro-säure durch 5-stdg. Kochen mit 60 ccm absol. Alkohol und 6 ccm konz. Schwefelsäure verestern. Das Reaktionsprodukt wird mit Wasser versetzt und mit verd. kalter Sodalösung von Säuren befreit. Der Ester läßt sich aus Alkohol, in dem er in der Kälte ziemlich schwer löslich ist, umkrystallisieren. Die feinen Nadeln schmelzen bei 180—181° und sind leicht löslich in Benzol oder Chloroform, schwer löslich dagegen in Äther.

9.523 mg Sbst.: 0.882 ccm N (21°, 762 mm).

$C_{22}H_{20}O_{12}N_4$ (532.32). Ber. N 10.55. Gef. N 10.78.

Den Diäthylester kann man auf dem Wasserbade mit einer Mischung von 6 Vol. Eisessig, 2 Vol. Wasser und 1 Vol. konz. Schwefelsäure in 2 Stdn. verseifen. Die rohe Säure wird in kalter Sodalösung gelöst, filtriert und schnell wieder gefällt. Nach dem Umkrystallisieren aus Äther-Petroläther oder Eisessig-Wasser schmilzt die Säure unt. Zers. bei 238°; keine Depression mit der ursprünglichen Tetranitro-säure.

Oxydation der 2.4.2'.4'-Tetranitro- γ -truxillsäure: Man erhitzt 4.76 g Säure vom Zers.-Pkt. 238°, in Wasser aufgeschlämmt, mit 11 g (ber. 10.5 g) Kaliumpermanganat, das portionsweise zugegeben wird, auf dem Wasserbade, bis fast völlige Entfärbung eingetreten ist. Die Lösung wird vom Mangandioxyd getrennt und mit Salzsäure gefällt, die ausgeschiedene Säure ausgeäthert, der Äther verdunstet und der harzige Rückstand mit heißem Chloroform ausgezogen. Dabei bleibt fast reine Tetranitro- γ -truxillsäure zurück, während sich bei der Oxydation entstandene 2.4-Dinitrobenzoesäure in Chloroform löst. Durch langsames Krystallisieren aus Wasser gereinigt: Schmp. 179—180°, vorher etwas Sintern; Misch-Schmp. genau so.

2.4.2'.4'-Tetranitro- γ -truxillsäure-anhydrid entsteht aus der Säure durch Kochen mit Essigsäure-anhydrid in 10 Min. Nach dem Abkühlen wird das Acetanhydrid durch die 4-fache Menge Wasser zersetzt, das γ -Anhydrid zur Entfernung evtl. vorhandener Säuren mit verd. Sodalösung verrieben, mit Wasser gewaschen und mit etwas Äther, der das schmierige Produkt bald erstarren läßt, ausgezogen. 12-stdg. Stehen in essigsaurer Lösung verwandelt das Anhydrid fast völlig wieder in die Säure²⁰⁾. Beim Erwärmen mit Alkohol und etwas Soda²¹⁾ auf dem Wasserbade geht das Tetranitro-anhydrid in kurzer Zeit in das Na-Salz der 2.4.2'.4'-Tetranitro- γ -truxill-äthylester-säure über, die durch Wasser und Säure ausgefällt und aus Äther-Petroläther krystallisiert wird. Schmp. 205—207°; Misch-Schmp. mit reiner Säure vom Schmp. 207—208° bei 207°.

²⁰⁾ vergl. Stoermer, Emmel, B. 53, 506 [1920].

²¹⁾ Schenck, B. 63, 2708 [1930].