Die Einwirkung von Natriummalonester auf 1,10-Dibromdekan

von

Adolf Franke und Oswald Hankam.

Aus dem II. chemischen Universitätslaboratorium in Wien.

(Vorgelegt in der Sitzung am 17. Februar 1910.)

Bisher ist die Einwirkung von Natriummalonester auf Polymethylendibromide $\mathrm{CH_2Br}(\mathrm{CH_2})_n\mathrm{CH_2Br}$, bei der man zu

zyklischen Dicarbonsäureestern $(CH_2)_n$ $C(COOC_2H_5)_2$ ge- CH_2

langt, nur mit Äthylenbromid,¹ Trimethylenbromid,² Tetramethylendibromid ³ und Hexamethylendibromid ⁴ versucht worden und sind auf diese Weise der Trimethylendicarbonsäureester, der Tetramethylendicarbonsäureester, der Pentamethylendicarbonsäureester und der Heptamethylendicarbonsäureester erhalten worden.

Es schien uns nun von Interesse zu versuchen, ob diese Reaktion bei einem Dibromid, dessen beide Bromatome durch eine größere Anzahl von $\mathrm{CH_2}$ -Gruppen getrennt sind, in gleicher Weise verlaufe, auf welche Art man zu Ringsystemen gelangen könnte, welche aus einer größeren Anzahl von Kohlenstoffatomen bestehen.

Daß ein derartiger Versuch bisher noch nicht ausgeführt wurde, lag wohl zum größten Teil an der schweren Zugänglichkeit solcher Bromide. In der vorliegenden Arbeit wurde

¹ Perkin jr., Journal of the chem. Soc., 47, 807 und Berl. Ber., 17, 54.

² Ebenda, 51, 2.

³ Ebenda, 65, 96.

⁴ Ebenda, 65, 599.

die Scheuble'sche, ¹ beziehungsweise die Bouveault'sche ² Methode, die es ermöglicht, von den zweibasischen Säuren $COOH.(CH_2)_n.COOH$ zu den entsprechenden Glykolen. $CH_2OH.(CH_2)_n.CH_2OH$ zu gelangen, zunutze gemacht. Aus den Glykolen können die Bromide $CH_2Br.(CH_2)_n.CH_2Br$ leicht erhalten werden.

Es wurde von der Sebacinsäure ausgegangen, durch Reduktion ihres Amides, beziehungsweise Diäthylesters das schon bekannte (1, 10)-Dekamethylenglykol CH₂OH (CH₂)₈. CH₂OH erhalten und daraus durch Behandlung mit konzentrierter Bromwasserstoffsäure das bisher unbekannte (1, 10)-Dekamethylendibromid CH₂Br(CH₂)₈CH₂Br dargestellt.

Bei der Einwirkung von Natriummalonester auf das Dekamethylendibromid war ein 1,1-Hendekamethylendicarbonsäureester zu erwarten.

$$\begin{split} 2\,\mathrm{CHNa}\,(\mathrm{COOC_2H_5}) + \mathrm{CH_2Br}\,.\,(\mathrm{CH_2})_8\,.\,\mathrm{CH_2Br} &=: \\ \mathrm{CH_2}\,.\,\mathrm{CH_2}\,.\,\mathrm{CH_2}\,.\,\mathrm{CH_2}\,.\,\mathrm{CH_2} \\ &+ \mathrm{CH_2}\,.\,\mathrm{CH_2}\,.\,\mathrm{CH_2}\,.\,\mathrm{CH_2} \\ &+ \mathrm{CH_2}(\mathrm{COOC_2H_5})_2 + 2\,\mathrm{Na\,Br}. \end{split}$$

Der Verlauf der Reaktion zeigte äußerlich volle Übereinstimmung mit dem von Perkin beschriebenen. Es wurden neben Malonester zwei Ester, ein niedriger siedender und ein höher siedender erhalten.

Die Analysen und Molekulargewichtsbestimmungen des niedriger siedenden Esters stimmten nun tatsächlich auf den erwarteten Hendekamethylendicarbonsäureester. Der Ester wurde verseift und auch die Analysen und Molekulargewichtsbestimmungen der freien Säure stimmten gut. Aus dieser Dicarbonsäure wurde durch Erhitzen über den Schmelzpunkt infolge Abspaltung von einem Molekül Kohlensäure eine Hendekamethylenmonocarbonsäure

¹ Scheuble, Monatshefte für Chemie, 1903, 618.

² L. Bouveault et G. Blanc, Comptes rendus, 1903, I, 136, 1676; II, 137, 328.

$$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{.CH}_2\text{.CH}_2\text{.CH}_2\text{.CH}_2\\ \text{CH}_2\text{.CH}_2\text{.CH}_2\text{.CH}_2\text{.CH}_2\\ \end{array} \\ \begin{array}{c} \text{CH}.\text{COOH} \end{array}$$

erhalten. Die leichte Abspaltung von Kohlendioxyd spricht für die Bindung zweier Carboxylgruppen an ein Kohlenstoffatom in der erhaltenen Säure.

Ein Bromadditionsversuch ergab, daß die Säure Brom nicht addiert, so daß das Vorhandensein einer doppelten Bindung nicht anzunehmen ist.

Trotzdem somit vieles dafür spricht, daß die erhaltene Säure mit der erwarteten Hendekamethylendicarbonsäure identisch ist, kann die Identität noch nicht als völlig sichergestellt betrachtet werden.

Insbesondere sei die Frage, ob die Säure wirklich einen Ring von elf Kohlenstoffatomen enthalte, offen gelassen und unter anderem mit der Möglichkeit einer isomeren Säure mit verengtem Ring und anhängender Seitenkette gerechnet.

Hier dürfte wohl aller Wahrscheinlichkeit nach die Oxydation der Säure zur befriedigenden Lösung der Konstitutionsfrage führen.¹

Wie Perkin als zweites Reaktionsprodukt neben dem zyklischen Ester noch einen Tetracarbonsäureester, dessen Entstehung nach der Gleichung

$$CH(COOC_2H_5)_2$$

$$2 \text{CHNa}(\text{COOC}_2\text{H}_5) + \text{Br}(\text{CH}_2)_n \text{Br} = 2 \text{NaBr} + (\text{CH}_2)_n$$

$$CH(COOC_2H_5)_2$$

angenommen werden muß, stets erhielt, wurde als zweites Reaktionsprodukt in beträchtlicher Menge ein höher siedender Ester erhalten, dessen Analysen und Molekulargewichts-

¹ Wir hatten die Absicht, mit der Veröffentlichung dieser Arbeit, welche schon im Juli 1909 vollendet war, zu warten, bis die Frage nach der Konstitution, mit deren Feststellung der eine von uns beschäftigt ist, vollkommen klargestellt sei. Da aber die diesbezüglichen Versuche viel Zeit in Anspruch nehmen dürften und da auch auf anderer Seite die Absicht besteht, die Frage nach der Bildungsfähigkeit höherer Ringkomplexe zu bearbeiten (J. v. Braun, Berl. Ber., 1909, 4541) haben wir die Veröffentlichung der bis jetzt erhaltenen Resultate nicht länger hinausgeschoben.

bestimmungen auf den Dodekamethylentetracarbonsäureester $\mathrm{CH}(\mathrm{CO_2C_2H_5})_2(\mathrm{CH_2})_{10}\,\mathrm{CH}(\mathrm{CO_2C_2H_5})_2$ stimmten.

Die freie Säure aus diesem Ester wurde durch Kohlendioxydabspaltung in die Dodekamethylendicarbonsäure übergeführt, die mit der schon einmal von Brown und Wolker durch Elektrosynthese dargestellten identisch erscheint.

Experimenteller Teil.

Das 1, 10-Dekandiol CH₂OH. (CH₂)₈. CH₂OH.

Das Dekamethylenglykol wurde sowohl nach R. Scheuble² — durch Reduktion des Sebacinsäureamids — als auch nach L. Bouveault und G. Blanc³ — durch Reduktion des Sebacinsäureäthylesters — dargestellt und hierbei gefunden, daß die Ausbeute bei der Bouveault'schen Methode besser sei; auch war das aus dem Ester dargestellte Produkt reiner, und so wurde, da die Darstellung des Sebacinsäureesters und dann später die Verseifung des unangegriffenen Esters bedeutend angenehmer ist als die des Amids, die Bouveault'sche Methode der Scheuble'schen vorgezogen.

Zur Reduktion wurden je 46 g Sebacinsäurediäthylester in 900 g sorgfältigst getrocknetem 4 Amylalkohol gelöst und am Rückflußkühler im Ölbade zum Sieden erhitzt. Hierauf wird das Natrium (90 g) durch einen Tubus in kleinen Stücken eingetragen und das Gemisch in gelindem Sieden erhalten. Nachdem das ganze Natrium aufgebraucht ist — gegen Ende verläuft die Reaktion ziemlich träge — läßt man den Kolbeninhalt auf ungefähr 100° abkühlen und fügt vorsichtig das gleiche Volumen Wasser zu. Dann wird im Scheidetrichter gut durchgeschüttelt, die wässerige Lösung abgelassen und die amyl-

¹ Brown und Wolker, Annalen, 261, 124.

² R. Scheuble, Monatshefte für Chemie, 1903, 618.

³ L. Bouveault und G. Blanc, Comptes rendus, 1903, I., 136, 1676; II., 137, 328.

⁴ Der Amylalkohol wird zuerst über Pottasche von der größten Menge Wasser befreit und destilliert, bis das anfangs trübe Destillat klar abläuft. Nun wird die Destillation unterbrochen, auf je 1000 g Alkohol 10 g Na zugefügt und dann weiter destilliert. Die Fraktion 126 bis 131° wird gesondert aufgefangen und kurz vor der Verwendung nochmals über Natrium destilliert.

alkoholische Lösung noch einmal mit dem gleichen Volumen Wasser durchgeschüttelt. Der bei der Reaktion unverändert gebliebene Ester ist verseift und in Form von sebacinsaurem Natrium in die wässerige Lösung gegangen und es kann sogleich — Scheuble muß zur Verseifung seines unverändert gebliebenen Amids 10 Stunden lang kochen — aus der amylalkoholischen Lösung nach Trocknen über Pottasche und Abdestillieren des Amylalkohols durch Vakuumdestillation des Rückstandes das Glykol als weiße, krystallinische Masse von fettähnlicher Konsistenz gewonnen werden. Siedepunkt 180° bei 15 mm. Ausbeute 20 g. Aus dem wässerigen Auszug läßt sich die Sebacinsäure durch Ausfällen mit verdünnter Salzsäure leicht zurückgewinnen.

Das 1, 10-Dibromdekan CH₂Br. (CH₂)₈. CH₂Br.

Aus dem Glykol wurde das Dibromid auf folgende Weise erhalten. Je $10\,g$ Glykol wurden mit 60 bis $70\,g$ rauchender Bromwasserstoffsäure, über $82\,^{\circ}/_{\!0}$ HBr enthaltend (i. e. zirka das Fünffache der berechneten Menge), 10 Stunden lang im zugeschmolzenen Rohr auf ungefähr $60\,^{\circ}$ erhitzt. Das so entstandene Bromid kann ausgeäthert werden oder auch, da es in kalter Bromwasserstoffsäure unlöslich ist, auf der Nutsche abgesaugt werden. Es läßt sich aus Alkohol leicht umkrystallisieren und so rein erhalten. Ausbeute $17\,g$ Bromid von $10\,g$ Glykol. Die Brombestimmung nach Liebig ergab folgendes:

```
I.1 0·4111 g Substanz gaben 0·5125 g Ag Br, i. e. 53\cdot07^{0}/_{0} Br. II. 0·2322 g Substanz gaben 0·294 g Ag Br, i. e. 53\cdot88^{0}/_{0} Br. III. 0·1915 g Substanz gaben 0·243 g Ag Br, i. e. 53\cdot98^{0}/_{0} Br.
```

für $C_{10}H_{20}Br_2$ berechnet 53 35%.

Das 1,10-Dibromdekan ist ein farbloser, krystallinischer Körper von schwachem, eigentümlichem Geruch, schmilzt bei 27°, ist in Wasser unlöslich, in Äther löslich, in kaltem Alkohol wenig, in warmem dagegen leicht löslich. Durch langsames

¹ Substanz I war vorher im Vakuum destilliert, durch Aufstreichen auf eine Tonplatte von schmierigen Verunreinigungen getrennt und schließlich aus Alkohol umkrystallisiert.

Abdunsten der alkoholischen Lösung wird es in großen, tafeligen Krystallen erhalten. Unter vermindertem Druck (15 mm) destilliert es nicht ganz ohne Zersetzung bei 160°.

Die Einwirkung von Natriummalonester auf das 1, 10-Dibromdekan.

In 200 g absolutem Alkohol wurden 10 g Natrium (etwas über 2 Atome) nach und nach eingetragen. Nach erfolgter Lösung wurde unter guter Kühlung das Gemenge von 70 g Malonsäurediäthylester (etwas über 2 Moleküle) und 57 g 1, 10-Dibromdekan (1 Molekül) langsam eingegossen. Es schied sich zuerst Natriummalonester als gelatinöser Niederschlag ab, der nach einiger Zeit in Lösung ging, und späterhin beim gelinden Erwärmen Bromnatrium. Das Erwärmen am Wasserbad wurde zur Vervollständigung der Reaktion ungefähr 1/2 Stunde lang fortgesetzt und hierauf der Alkohol auf dem Wasserbad tunlichst abdestilliert. Das rückbleibende Reaktionsprodukt wurde in die zweifache Menge Wasser gegossen und im Schacherlapparate erschöpfend ausgeäthert. Von der ätherischen Lösung wurde der Äther abdestilliert, der Rückstand im Vakuum im trockenen Luftstrom bei 50° von Alkohol und Wasser befreit und schließlich bei möglichst gutem Vakuum destilliert.

Der unverändert gebliebene Malonester ging bei 90° über, und von 200 bis 265° das Gemenge der beiden neuen Ester (ungefähr 20 g). Die niedrige Fraktion (200 bis 220°) wurde von der höheren (250 bis 265°) durch wiederholtes sorgfältiges Fraktionieren getrennt.¹ Die beiden Ester sind farblose, ziemlich dicke Flüssigkeiten von schwachem Estergeruch.

Der niedriger siedende Ester (Hendekamethylendicarbonsäureester).

Analyse:

- I. 0.3386 g Substanz gaben 0.8509 g CO $_2$ und 0.3105 g H $_2$ O.
- II. 0.2467 g Substanz gaben 0.6205 g CO₂ und 0.2385 g H₂O.

Die Destillation wurde durch die hohe Temperatur ziemlich erschwert und so war es trotz wiederholter Destillation unmöglich, einen konstanten Siedepunkt zu erreichen.

In 100 Teilen:

$$\begin{tabular}{c|cccc} $Gefunden & Berechnet für \\ \hline I & II & $C_{17}H_{30}O_4$ \\ \hline C & .68 \cdot 53 & 68 \cdot 58 & 68 \cdot 39 \\ H & . & .10 \cdot 26 & 10 \cdot 81 & 10 \cdot 15 \\ \hline \end{tabular}$$

Molekulargewicht (dasselbe wurde durch Gefrierpunktserniedrigung im Beckmannapparat bestimmt).

Lösungsmittel: Benzol 17.65 g.

- I. 0.0503 g gaben eine Gefrierpunktserniedrigung von 0.05°.

Der höher siedende Ester (Dodekamethylentetracarbonsäureester).

- I. 0.2071 g Substanz gaben 0.4798 g CO2 und 0.1768 g H2O.
- II. 0.2291 g Substanz gaben 0.5318 g CO₂ und 0.1934 g H₂O.

In 100 Teilen:

Gefu	ınden	Berechnet für
Ī	II	
C63 · 19	63.30	$62 \cdot 82$
H 9.55	$9 \cdot 44$	$9 \cdot 25$

Molekulargewicht (dasselbe wurde durch Gefrierpunktserniedrigung im Beckmannapparate bestimmt).

Lösungsmittel: Benzol 16.819 g.

I. $0.1890\,g$ Substanz gaben eine Gefrierpunktserniedrigung von $0.135\,^\circ$. II. $0.3179\,g$ » » » $0.225\,^\circ$.

Die beiden Ester sind wasserunlöslich, äther- und alkohollöslich.

Die Verseifung der Ester.

Die beiden Ester wurden mit der doppelten der theoretischen Menge Ätzkali in alkoholischer Lösung ungefähr 10 Stunden lang am Rückflußkühler gekocht. Hierauf wurde eingedampft, um den Alkohol zu entfernen, der Rückstand in wenig Wasser gelöst und vorerst unangesäuert ausgeäthert, um eventuell verunreinigende Neutralprodukte zu entfernen. Dann wurde mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert, nochmals ausgeäthert und die ätherische Lösung über entwässertem Natriumsulfat getrocknet.

Die Säure aus dem niedriger siedenden Ester (Hendekamethylendicarbonsäure).

Aus der ätherischen Lösung erhält man durch Abdunsten des Äthers eine weiße, fettähnliche Krystallmasse, die freie Säure. Sie wurde nochmals in reinem, trockenem Äther gelöst, wobei eine sehr kleine Menge anorganischer Verunreinigung zurückblieb und aus der ätherischen Lösung durch Abdunsten des Äthers rein erhalten.

Die Verbrennung ergab:

- I. 0.2293g Substanz gaben 0.5449g CO₂ und 0.1950g H₂O.
- II. 0·1960g Substanz gaben 0·4648g CO $_2$ und 0·1739g $\rm H_2O.$

In 100 Teilen:

•	Gefu	ınden	Berechnet für
	I	II	$\underbrace{H_{22}O_4}{C_{13}H_{22}O_4}}}$
C	64.81	64.68	64.41
Н	9.51	9.92	9.17

Das Molekulargewicht wurde durch Titration mit Kalilauge ermittelt ¹ (Indikator: Phenolphthaleïn).

0.2905 g Säure verbrauchten $11.2 cm^{3.1}/_{5}$ normalen KOH.

	Daraus	Berechnet für
\$	gefunden	$C_{13}H_{22}O_{8}$
<u>_</u>		
M	258	242

¹ Diese und die im folgenden angeführten Titrationen waren durch die — namentlich gegen Ende der Titration — auffallend langsam verlaufende Neutralisation nicht leicht exakt durchzuführen.

Das Kaliumsalz ist gelatinartig und löst sich seifig in Wasser. Aus der neutralen, wässerigen Lösung des Kalisalzes wurde durch Fällen mit Silbernitratlösung das Silbersalz als weißer, flockiger Niederschlag erhalten. Dasselbe wurde am Filter gesammelt, mit destilliertem Wasser sorgfältig gewaschen und im Vakuum über Chlorcalcium zum konstanten Gewicht getrocknet.

 $0.2669\,g$ Silbersalz gaben im Porzellantiegel erst gelinde, dann stärker geglüht $0.1255\,g$ Ag.

In 100 Teilen:

Durch Fällung der wässerigen Kalisalzlösung mit konzentrierter Chlorcalciumlösung wurde das Calciumsalz als weißer, voluminöser Niederschlag erhalten. Derselbe wurde bei 110° zum konstanten Gewicht getrocknet.

 $0.3762\,g$ Calciumsalz gaben nach dem Abrauchen mit verdünnter Schwefelsäure $0.1752\,g$ CaSO₄.

In 100 Teilen:

Ferner wurde in analoger Weise eine Reihe von Salzen aus der neutralen wässerigen Lösung des Kaliumsalzes gefällt. Das Kupfersalz (blaugrüner Niederschlag), das Ferrisalz (gelbbrauner Niederschlag), das Ferrosalz (schmutzigweißer Niederschlag, der sich bräunt), das Baryumsalz (weißer Niederschlag), das Zinksalz (weißer Niederschlag), das Kobaltsalz (rosa Niederschlag), das Nickelsalz (lichtgrüner Niederschlag). Das Magnesiumsalz wird aus verdünnter Lösung erst nach längerem Stehen gefällt.

Die Säure ist in Äther leicht, in Alkohol ziemlich leicht löslich, in kaltem Wasser schwer, in heißem leicht. Sie schmilzt bei 75° und ist von weicher, fettähnlicher Konsistenz.

Ein Versuch, an die Säure in Chloroformlösung Brom zu addieren, ergab, daß sie Brom in der Kälte nicht addiert.

Über den Schmelzpunkt erhitzt, zersetzt sich die Säure, indem sie Kohlendioxyd abspaltet und in die Monocarbonsäure übergeht.

Die Hendekamethylenmonocarbonsäure.

In einem kleinen Kölbchen wurde ungefähr 1 g der Dicarbonsäure auf 130 bis 150° im Ölbad einige Zeit erhitzt, bis die deutlich wahrnehmbare Kohlendioxydentwicklung beendet war. Die so erhaltene neue Säure bildet eine fast rein weiße, fettähnliche Masse und wurde ohne weitere Reinigung mit Kalilauge titriert.

Hierbei verbrauchten 0.4003 g Substanz 10.00 cm3 1/5 normales KOH.

Daraus berechnetes

Molekulargewicht

$$C_{12}H_{22}O_{2}$$
 $C_{12}H_{22}O_{2}$

Das Kaliumsalz löst sich seifig in Wasser. Chlorcalciumlösung fällt das Calciumsalz als weißer, voluminöser Niederschlag.

0.2154 g Calciumsalz, bei 110° getrocknet, gaben 0.0286 g Ca O.

In 100 Teilen: Daraus Berechnet für berechnet
$$C_{12}H_{21}O_{2}Ca$$

Das Silbersalz schwärzte sich äußerst rasch und war zur Analyse nicht geeignet.

Die Fällungen der wässerigen Kalisalzlösung mit Metallsalzlösungen sind den bei der Hendekamethylendicarbonsäure erhaltenen äußerlich gleich und zeigen nichts Charakteristisches.

Die Hendekamethylenmonocarbonsäure ist in Äther und in Alkohol löslich. In kaltem Wasser löst sie sich sehr schwer, in heißem leicht. Sie schmilzt bei 94 bis 96°.

Die Säure aus dem höher siedenden Ester (Dodekamethylentetracarbonsäure).

Die Säure wurde auf gleiche Weise wie die aus dem niedriger siedenden Ester erhalten und aus Wasser umkrystallisiert.

Die Verbrennung der im Vakuum über Chlorcalcium getrockneten Substanz ergab:

I. 0.1984 g Substanz gaben 0.405 g CO₂ und 0.1408 g H₂O.

II. 0.1913 g Substanz gaben 0.3907 g CO₂ und 0.1345 g H₂O.

In 100 Teilen:

	Gefunden		Berechnet für
•	I	II	$\underbrace{ \text{C}_{16}\text{H}_{26}\text{O}_8}$
C	55.67	55.70	55.45
$H \ldots \ldots$	7.93	7.86	7.58

Das Molekulargewicht wurde durch Titration mit Kalilauge (Indikator Phenolphthalein) bestimmt.

0.2874 g Substanz verbrauchten 15.85 cm³ 1/5 normales KOH.

Das Kaliumsalz löst sich seifig in Wasser. Das Silbersalz ist ein weißer, käsiger Niederschlag.

0.3804 g, im Vakuum getrocknet, gaben im Porzellantiegel erst gelinde, dann stärker geglüht 0.2126 g Ag.

In 100 Teilen:

$$\begin{array}{c} \text{Berechnet für} \\ \text{Gefunden} \\ \text{Ag} \\ \end{array}$$

Das Calciumsalz wurde durch Fällung der wässerigen Lösung des Kalisalzes mit Chlorcalciumlösung als weißer, voluminöser Niederschlag erhalten.

 $0\cdot2739\,g$ Calciumsalz, bei 110° getrocknet, hinterließen nach dem Glühen im Platintiegel $0\cdot0711\,g$ CaO.

In 100 Teilen:

Gefunden

Gefunden

$$C_{16}H_{22}O_8Ca_2$$
 $C_{18}H_{22}O_8Ca_2$
 $C_{18}H_{22}O_8Ca_2$

Die neutrale wässerige Lösung des Kalisalzes gibt mit Schwermetallsalzlösungen Niederschläge, welche den bei der Hendekamethylendicarbonsäure erwähnten gleichen.

Die Säure ist in Äther, Alkohol löslich, in kaltem Wasser unlöslich, in heißem Wasser dagegen löslich. Sie schmilzt bei 128°. Über den Schmelzpunkt erhitzt, spaltet die Säure Kohlendioxyd ab und geht in die Dicarbonsäure über.

Die Dodekamethylendicarbonsäure.

Die Herstellung der Dodekamethylendicarbonsäure war analog der der Hendekamethylenmonocarbonsäure, nur wurde die Temperatur des Ölbades etwas höher (160 bis 170°) gehalten. Durch Umkrystallisieren aus verdünntem Alkohol wurde sie rein erhalten.

Die Elementaranalyse ergab:

0.1145 g Substanz gaben 0.103 g H2O und 0.2727 g CO2.

In 100 Teilen:

		Berechnet für
	Gefunden	$C_{14}H_{26}O_4$
,		
C	64 96	65 12
H	10.06	10.08

Das Molekulargewicht wurde durch Titration mit Kalilauge bestimmt.

0.3599 g Substanz verbrauchten 13.6 cm³ 1/5 normales KOH.

Das Kalium-, Calcium- und Silbersalz sind in jeder Beziehung den vorbeschriebenen Salzen ähnlich.

0.2314 g Silbersalz gaben 0.1045 g Ag.

In 100 Teilen:

$$\underbrace{ \begin{array}{c} \text{Gefunden} \\ \text{Ge} \end{array} }_{\text{Ag} \dots \dots } \underbrace{ \begin{array}{c} \text{Berechnet für} \\ \text{C}_{14} \text{H}_{24} \text{O}_{4} \text{Ag}_{2} \\ \text{45 \cdot 47} \end{array} }_{\text{Ag} \dots \dots \dots }$$

0.2265 g Calciumsalz gåben 0.0414 g CaO.

In 100 Teilen:

Gefunden

Gefunden

$$C_{14}H_{24}O_{4}Ca$$
 $C_{13}\cdot 50$

Berechnet für $C_{14}H_{24}O_{4}Ca$

Die Fällungen, welche man durch Versetzen der wässerigen Kalisalzlösung mit Schwermetallsalzlösungen erhält, gleichen den bei der Hendekamethylendicarbonsäure erwähnten und zeigen nichts Charakteristisches.

Die Säure ist in Äther und in Alkohol löslich. In kaltem Wasser löst sie sich schwer, in heißem leicht. Sie schmilzt bei 123°.