

Über die Nitrierung des 3, 5-Dichlor-Benzaldehyds und der 3, 5-Dichlor-Benzoessäure

Von

FRITZ ASINGER

Aus dem Institut für organische Chemie der Technischen Hochschule in Wien

(Vorgelegt in der Sitzung am 19. Oktober 1933)

Bei der direkten Nitrierung des vor kurzem ¹ beschriebenen 3, 5-Dichlor-Benzaldehyds mit rauchender Salpetersäure ($d = 1.48$) bei 0° entsteht in fast quantitativer Ausbeute 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzaldehyd. Die Stellung der Nitrogruppe geht aus der Tatsache hervor, daß der neue Dichlor-Nitro-Benzaldehyd mit Azeton und verdünnter Natronlauge quantitativ den 5, 7-5', 7'-Tetrachlor-indigo liefert ², der bereits im F. P. 315. 180 (1901) beschrieben ist (er wurde aus 3, 5-Dichlor-Phenylglyzin-*o*-Karbonsäure hergestellt ³) und von E. GRANDMOUGIN und P. SEYDER näher untersucht wurde ⁴.

Durch Oxydation des Dichlor-Nitrobenzaldehyds mit verdünnter Permanganatlösung erhält man ferner eine Nitro-Dichlor-Benzoessäure, welche bei der Reduktion mit Ferrosulfat und Ammoniak quantitativ in die bekannte 3, 5-Dichlor-Anthranilsäure übergeht. 3, 5-Dichlor-Anthranilsäure wurde von mir auch durch direkte Chlorierung von Anthranilsäure nach ELION hergestellt ⁵ und ein Mischschmelzpunkt der beiden Dichlor-Amino-Benzoessäuren gab keine Depression.

Ebenso liefert 3, 5-Dichlor-Benzoessäure beim Eintragen in rauchende Salpetersäure ($d = 1.48$) bei 60—70° in zirka 80% Ausbeute 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzoessäure, die beim Erkaltenlassen der Salpetersäure sofort rein auskristallisiert und mit der durch Oxydation des 3, 5-Dichlor-2-Nitro-Benzaldehyds erhaltenen Säure völlig identisch ist. Durch Reduktion mit Ferrosulfat und

¹ Monatsh. Chem. 62, 1933, S. 344, bzw. Sitzb. Ak. Wiss. Wien (II b) 142, 1933, S. 150.

² Vgl. BAYER und DREWSEN, Ber. D. ch. G. 15, 1882, S. 775—781.

³ Vgl. D. R. P. 148.615, 1901, S. 615.

⁴ Ber. D. ch. G. 47, 1901, S. 2365.

⁵ Rec. trav. chim. 44, 1925, S. 1106—1108.

Ammoniak konnte auch sie quantitativ in 3, 5-Dichlor-Anthranilsäure übergeführt werden.

An Derivaten wurden hergestellt: Das Oxim und das Hydrazon des 3, 5-Dichlor-2-Nitro-Benzaldehyds, das 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzalchlorid, die 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Zimtsäure, der 2-Amino-3, 5-Dichlor-Benzaldehyd und dessen Phenylhydrazon und Oxim, der 5, 7-5', 7'-Tetrachlorindigo, das 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzoylchlorid, das 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzamid, der 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzoesäuremethyl- und Äthylester.

Beschreibung der Versuche.

1. Nitrierung des 3, 5-Dichlor-Benzaldehyds.

10 g 3, 5-Dichlor-Benzaldehyd vom Schmelzpunkt 65° werden portionenweise in 100 cm³ auf 0° gekühlte rauchende Salpetersäure ($d = 1.48$) eingetragen, wobei der Aldehyd sofort in Lösung geht. Nach 3—4stündigem Stehen bei Zimmertemperatur wird das Reaktionsgemisch auf Eis gegossen und der in farblose Flocken ausfallende 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzaldehyd säurefrei ausgewaschen. Man erhält so 12.4 g vom Rohschmelzpunkt 90°, d. s. 99% der Theorie. Nach dem Umkristallisieren aus Eisessig oder Ligroin schmilzt der Aldehyd bei 91.5°.

0.2717 g Substanz gaben 0.3794 g CO₂ und 0.0322 g H₂O

0.1182 g „ „ 6.6 cm³ N bei 747 mm und 16°

0.1472 g „ „ 0.1917 g AgCl (Carius).

C₇H₃O₃NCl₂. Ber.: C 38.19, H 1.36, N 6.36, Cl 32.27%.

Gef.: C 38.08, H 1.32, N 6.48, Cl 32.22%.

Der 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzaldehyd ist leicht löslich in den meisten organischen Lösungsmitteln, schwerer in Ligroin oder Petroläther. Er kristallisiert aus Eisessig in derben Spießeln, aus Benzol-Petroläther in feinen farblosen Nadeln und ist mit Wasserdämpfen leicht flüchtig.

Oxydation.

1 g 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzaldehyd vom Schmelzpunkt 91.5° wird mit 0.5 g Kaliumpermanganat, gelöst in 50 cm³ Wasser, übergossen und einige Minuten am Wasserbad erwärmt. Nach dem Ansäuern erhält man 0.8 g 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzoesäure vom Schmelzpunkt 193°. Durch Umkristallisieren aus Benzol erhält man farblose Würfelchen vom Schmelzpunkt 194° korr.

Derivate des 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzaldehyds.

Darstellung des Aldoximes.

1 g Aldehyd wird in 15 cm³ Äthanol gelöst und mit einer Lösung von 0.4 g Hydroxylaminchlorhydrat und 0.35 g wasserfreier Soda in 10 cm³ Wasser versetzt. Nach dem Aufkochen läßt man in einer flachen Schale verdunsten, wobei das Oxim in feinen, verfilzten Nadeln vom Schmelzpunkt 97° auskristallisiert. Umkristallisieren aus Benzol-Petroläthergemischen oder verdünnter Essigsäure hatte keine Schmelzpunktsteigerung zur Folge. Mischschmelzpunkt mit 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzaldehyd vom Schmelzpunkt 91.5° lag bei 60—65°.

0.1069 g Substanz gaben 11.1 cm³ N bei 748 mm und 15°.

C₇H₄O₃N₂Cl₂. Ber.: N 11.93%.

Gef.: N 12.11%.

Darstellung des Phenylhydrazons.

1 g 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzaldehyd wurde in 10 cm³ Äthanol gelöst, mit 0.5 g Phenylhydrazin versetzt und die Lösung nach dem Aufkochen langsam erkalten lassen. Es bilden sich blutrot gefärbte Nadelchen vom Schmelzpunkt 175°. Umkristallisieren aus Benzol-Ligroin hatte keine Schmelzpunktsteigerung zur Folge. Das 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzalphenylhydrazon ist in allen organischen Lösungsmitteln außer Ligroin und Petroläther leicht löslich.

0.1284 g Substanz gaben 14.6 cm³ N bei 751 mm und 15°.

C₁₃H₉O₂N₃Cl₂. Ber.: N 13.55%.

Gef.: N 13.3%.

2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzalchlorid.

Dieses Derivat des Benzalchlorids konnte sowohl aus dem 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzaldehyd und Phosphorpentachlorid in Benzollösung hergestellt werden, als auch durch Nitrierung des 3, 5-Dichlor-Benzalchlorids mit rauchender Salpetersäure (*d* = 1.48) bei 0°.

Beim Zusammenbringen von 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzaldehyd und Phosphorpentachlorid tritt Verharzung ein, während in Benzollösung die Reaktion ziemlich glatt vonstatten geht.

2 g 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzaldehyd werden in 15 cm³ Benzol gelöst und unter Kühlung mit 2 g Phosphorpentachlorid versetzt. Nach dem Abdestillieren des Benzols und Phosphoroxy-

chlorids im Vakuum hinterbleibt ein dunkelbraunes Öl, welches allmählich erstarrt.

Das Benzalchlorid ist in allen organischen Lösungsmitteln äußerst leicht löslich und deshalb sehr schwer zu reinigen. Durch Lösen in Methanol oder Petroläther und Abkühlen der Lösung auf -20° konnten schwach gelblich gefärbte Kristalle vom Schmelzpunkt 45° abgeschieden werden. Die direkte Nitrierung von 3,5-Dichlor-Benzalchlorid, welche so durchgeführt wurde, wie bei der Nitrierung des Aldehyds beschrieben ist, lieferte in 87% Ausbeute ein Produkt vom Schmelzpunkt 40° , welches nach der oben beschriebenen Reinigung den konstanten Schmelzpunkt 45° zeigte. Ein Mischschmelzpunkt beider, bei 45° schmelzenden Substanzen, gab keine Depression.

0·0954 g Substanz gaben 0·1979 g AgCl (CARIUS).

$C_7H_3O_2NCl_4$. Ber.: Cl 51·60%.

Gef.: Cl 51·32%.

2-Nitro-3,5-Dichlor-Zimtsäure.

3 g 2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzaldehyd vom Schmelzpunkt $91\cdot5^{\circ}$ wurden mit 1·4 g Essigsäureanhydrid und 1·2 g Natriumazetat 7 Stunden auf 180° erhitzt. Durch Destillation der sodaalkalischen Lösung im Wasserdampfstrom wurde der nicht in Reaktion getretene Aldehyd abgetrieben, und nach dem Aufkochen des Destillationsrückstandes mit Tierkohle und Filtration wurde die 2-Nitro-3,5-Dichlor-Zimtsäure mit verdünnter Salzsäure ausgefällt. Man erhält 2·3 g braune Kristalle vom Rohschmelzpunkt 212 bis 215° , d. s. 65% der Theorie. Nach dem Umkristallisieren aus Eisessig oder Methanol erhält man bei 227° schmelzende, schwach gelb gefärbte, seidenglänzende Nadelchen. Der Mischschmelzpunkt mit 2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzoessäure vom Schmelzpunkt 194° lag bei $165-170^{\circ}$.

0·1439 g Substanz gaben 0·1579 g AgCl (CARIUS).

$C_9H_5O_4NCl_2$. Ber.: Cl 27·09%.

Gef.: Cl 27·14%.

5,7-5',7'-Tetrachlor-Indigo.

8 g 3,5-Dichlor-2-Nitro-Benzaldehyd werden in 18 g Azeton gelöst und bei -5° mit 8·5 g einer 1%igen Natronlauge unter Rühren versetzt. Hierauf läßt man die Temperatur bis auf 25° steigen, setzt 200 g einer 1%igen Natronlauge zu und rührt noch 3 Stunden lang. Nach sechsstündigem Stehen wird filtriert, mit

Azeton gewaschen und getrocknet. Ausbeute 7.1 g, d. s. 97% der Theorie. Nach dem Umkristallisieren aus Nitrobenzol erhält man violettschillernde, feine Nadelchen, deren Eigenschaften mit den von GRANDMOUGIN und SEYDER über 5,7-5',7'-Tetra-Chlorindigo gemachten Angaben völlig übereinstimmen ⁴.

0.1111 g Substanz gaben 0.1566 g AgCl (CARIUS).

$C_{16}H_8O_2N_2Cl_4$. Ber.: Cl 35.46%.

Gef.: Cl 34.87%.

Bei der Oxydation des Tetrachlor-Indigos in Eisessiglösung mit rauchender Salpetersäure wurde in Übereinstimmung mit GRANDMOUGIN 5,7-Dichlor-Isatin vom Schmelzpunkt 222° gebildet.

2 - A m i n o - 3, 5 - D i c h l o r - B e n z a l d e h y d.

3 g 2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzaldehyd vom Schmelzpunkt 91.5° werden in 60 cm³ Äthanol gelöst und mit einer Lösung von 30 g Ferrosulfat in 100 cm³ Wasser versetzt. Hierauf fügt man bei 90 bis 100° 100 cm³ Ammoniak unter kräftigem Umschütteln portionenweise hinzu und unterwirft hernach das Reaktionsgemisch gleich der Destillation im Wasserdampfströme. Der zuerst übergehende Alkohol wird mit Wasser versetzt, wodurch etwas Aminoaldehyd ausfällt (0.4 g). Der Hauptteil des Aldehyds geht erst über, wenn der Alkohol abdestilliert ist. Man erhält 2.2 g Gesamtausbeute, d. s. 84% der Theorie, vom Rohschmelzpunkt 118—120°. Durch Umkristallisieren aus verdünntem Alkohol oder Benzol-Ligroin erhält man schwach gelb gefärbte Nadelchen vom Schmelzpunkt 123°.

0.1672 g Substanz gaben 10.4 cm³ N bei 745 mm und 17°

0.0838 g „ „ 0.1261 g AgCl (CARIUS).

$C_7H_5ONCl_2$. Ber.: N 7.36, Cl 37.37%.

Gef.: N 7.17, Cl 37.23%.

2-Amino-3,5-Dichlor-Benzaldehyd ist leicht löslich in Alkohol oder Benzol, schwerer in Ligroin oder Petroläther.

2 - A m i n o - 3, 5 - D i c h l o r - B e n z a l d o x i m.

1.2 g 2-Amino-3,5-Dichlor-Benzaldehyd vom Schmelzpunkt 123° werden in 20 cm³ Äthanol gelöst und mit einer Lösung von 0.8 g Hydroxylaminchlorhydrat und 0.8 g wasserfreier Soda in 10 cm³ Wasser versetzt und 15 Minuten am Rückflußkühler gekocht. Nach dem Erkalten der Lösung fällt das Oxim in farblosen,

seidenglänzenden Nadeln aus, die nach dem Kristallisieren aus verdünntem Alkohol oder Benzol den Schmelzpunkt 175° zeigen.

3·002 mg Substanz gaben $0\cdot370\text{ cm}^3$ N bei 742 mm und 23° .

$\text{C}_7\text{H}_6\text{ON}_2\text{Cl}_2$. Ber.: N 13·65%.

Gef.: N 13·60%.

2 - A m i n o - 3, 5 - D i c h l o r - B e n z a l p h e n y l h y d r a z o n .

1·5 g Dichloramino-Benzaldehyd werden in 15 cm^3 Äthanol gelöst, mit 0·9 g Phenylhydrazin versetzt und 20 Minuten am Rückflußkühler gekocht. (Bei kürzerer Kochdauer ist die Hydrazonbildung unvollständig.) Das Phenylhydrazon schmilzt nach dem Kristallisieren aus verdünntem Alkohol oder Benzol-Ligroin bei 118° . Es kristallisiert in gelblichgrünen Nadelchen, der Mischschmelzpunkt mit 2-Amino-3, 5-Dichlor-Benzaldehyd vom Schmelzpunkt 123° liegt bei zirka $85\text{--}90^{\circ}$.

2·760 mg Substanz gaben $0\cdot370\text{ cm}^3$ N bei 748 mm und 24° .

$\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{Cl}_2$. Ber.: N 15·00%.

Gef.: N 14·88%.

2. Nitrierung der 3, 5 - D i c h l o r - B e n z o e s ä u r e .

10 g 3, 5-Dichlor-Benzoesäure vom Schmelzpunkt 188° werden portionenweise bei $70\text{--}80^{\circ}$ in 80 cm^3 rauchende Salpetersäure ($d = 1\cdot48$) eingetragen. Die Säure geht sofort in Lösung, wobei nitrose Gase ausgestoßen werden. Nach dem alle Säure eingetragen ist, läßt man noch 2—3 Stunden bei zirka 70° stehen und hernach langsam erkalten, wobei 9·4 g bereits schmelzpunktsreine (194°) 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzoesäure ausfallen, d. s. 75% der Theorie. Das Filtrat wird auf Eis gegossen, wobei ein gelblich gefärbtes, bei zirka 185° schmelzendes Produkt ausfällt, welches nach mehrmaliger Kristallisation aus Eisessig und aus Benzol bei 193° schmilzt. Ausbeute 1 g, d. s. 8% der Theorie. Zusammen also 83% der Theorie. Es scheint unter diesen Bedingungen beim Nitrierungsvorgang ein Teil der Substanz vollständig zu verbrennen, da keine weiteren Produkte isoliert werden konnten. Eine Nitrierung bei niedrigerer Temperatur (20°) ergab ein unvollständig nitriertes Säuregemisch.

0·2109 g Substanz gaben $0\cdot2744\text{ g CO}_2$ und $0\cdot0238\text{ g H}_2\text{O}$

0·1086 g „ „ „ $5\cdot7\text{ cm}^3$ N bei 749 mm und 16°

0·1146 g „ „ „ $0\cdot1386\text{ g AgCl}$ (CARIUS).

$\text{C}_7\text{H}_3\text{O}_4\text{NCl}_2$. Ber.: C 35·60, H 1·28, N 5·93, Cl 30·07%.

Gef.: C 35·48, H 1·26, N 6·10, Cl 29·92%.

2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzoessäure kristallisiert aus verdünntem Alkohol in feinen Nadelchen, aus Benzol in Würfeln und zeigt den konstanten Schmelzpunkt 194° korr. Ein Mischschmelzpunkt mit 3, 5-Dichlor-Benzoessäure vom Schmelzpunkt 188° lag bei 153 bis 160° , ein Mischschmelzpunkt mit der durch Oxydation des 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzaldehyds erhaltenen Säure vom Schmelzpunkt 194° lag ebenfalls bei 194° .

Das *Kalziumsalz* (hergestellt durch Kochen von 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzoessäure mit Kalziumkarbonat) ist in Wasser und heißem Alkohol leicht löslich und kristallisiert in feinen, seiden-glänzenden farblosen Nadeln. Es enthält $4\frac{1}{2}$ Mole Kristallwasser.

0·2840 g Substanz gaben einen Trockenverlust (170 — 180°) von 0·0395 g

0·3673 g „ „ 0·0854 g CaSO_4 .

$\text{C}_{14}\text{H}_4\text{O}_5\text{N}_2\text{Cl}_4\text{Ca} \cdot 4\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$. Ber.: H_2O 13·7, Ca 6·78%.

Gef.: H_2O 13·9, Ca 6·77%.

Das *Bariumsalz* wurde ebenso wie das Kalziumsalz hergestellt. Es kristallisiert in verfilzten farblosen Nadeln mit $2\frac{1}{2}$ Molen Kristallwasser und ist im Gegensatz zum Kalziumsalz sehr schwer in Wasser löslich.

0·5301 g Substanz gaben einen Trockenverlust (170 — 180°) von 0·0384 g

0·3744 g „ „ 0·1350 g BaSO_4 .

$\text{C}_{14}\text{H}_4\text{O}_5\text{N}_2\text{Cl}_4\text{Ba} \cdot 2\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$. Ber.: H_2O 6·88, Ba 21·07%.

Gef.: H_2O 7·24, Ba 21·22%.

Das *Silbersalz* der 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzoessäure wurde hergestellt durch Versetzen der wässrigen Lösung des Ammonsalzes mit Silbernitratlösung und stellt ein schwach gelb gefärbtes Pulver dar. Es ist in allen Lösungsmitteln unlöslich.

0·1739 g Substanz gaben 0·0720 g AgCl .

$\text{C}_7\text{H}_2\text{O}_4\text{NCl}_2\text{Ag}$. Ber.: Ag 31·46%.

Gef.: Ag 31·16%.

2 - A m i n o - 3, 5 - D i c h l o r - B e n z o e s s ä u r e.

5 g 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzoessäure vom Schmelzpunkt 194° werden in 22 cm^3 Ammoniak gelöst und diese Lösung in eine heiße Lösung von 20 g Ferrosulfat in 100 cm^3 Wasser auf einmal eingegossen. Nach einmaligem Aufkochen wird filtriert und das Filtrat mit verdünnter Salzsäure versetzt, wobei 3, 5-Dichlor-Anthranihsäure ausfällt, die, aus verdünntem Alkohol umkristallisiert, bei 230 — 231° schmilzt. Ausbeute 4·3 g, d. s. 98% der Theorie.

Derivate der 2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzoesäure.

2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzoylchlorid.

5 g 2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzoesäure vom Schmelzpunkt 194° werden mit 25 cm^3 Benzol und 4.5 g Phosphorpentachlorid versetzt. Das Reaktionsgemisch erwärmt sich allmählich und es tritt vollständige Lösung ein. Durch nachheriges kurzes Erwärmen am Wasserbad wird die Reaktion vervollständigt. Nach dem Abdestillieren des Benzols und Phosphoroxychlorids im Vakuum hinterbleiben 5 g glänzende Kriställchen, die nach dem Umkristallisieren aus Ligroin den konstanten Schmelzpunkt 94.5° zeigen, d. s. 94% der Theorie.

0.1112 g Substanz gaben 0.1888 g AgCl (CARIUS).

$\text{C}_7\text{H}_2\text{O}_3\text{NCl}_3$. Ber.: Cl 41.82%.

Gef.: Cl 42.00%.

2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzoylchlorid ist leicht löslich in Benzol, Äther und Azeton, schwerer in Ligroin und Petroläther. Mit Methanol und Äthanol reagiert es unter Bildung der betreffenden Ester.

Verseifung.

1 g 2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzoylchlorid wurde mit 5 cm^3 Eisessig und 10 cm^3 Wasser 30 Minuten gekocht. Man erhält 0.9 g 2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzoesäure vom Schmelzpunkt 194° , d. s. 97% der Theorie.

2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzamid.

3 g 2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzoylchlorid vom Schmelzpunkt 94.5° wurden in 40 cm^3 Benzol gelöst und in diese Lösung trockenes Ammoniakgas eingeleitet. Es kommt sofort zur Bildung eines Niederschlages, welcher nach dem Filtrieren und Auskochen mit Äthanol 2.6 g seidenglänzende Nadelchen vom Schmelzpunkt 180° liefert. Ausbeute 96% der Theorie.

0.1081 g Substanz gaben 11.1 cm^3 N 748 mm und 18° .

$\text{C}_7\text{H}_4\text{O}_3\text{N}_2\text{Cl}_2$. Ber.: N 11.9%.

Gef.: N 11.85%.

2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzamid ist leicht löslich in Äthanol, Methanol und Azeton, schwerer in Essigester und Äther, sehr schwer löslich in Benzol-Petroläther und Ligroin. Als vorzügliches Kristallisationsmittel erwies sich Essigester. Beim Kochen mit verdünnter Lauge wird unter Ammoniakentwicklung 2-Nitro-3,5-Dichlor-Benzoesäure gebildet.

2 - Nitro - 3, 5 - Dichlor - Benzo es ä u r e m e t h y l -
e s t e r.

3 g 3, 5-Dichlor-Benzoylchlorid werden mit 10 cm^3 Methanol versetzt, wobei starke Erwärmung und Lösung des Chlorids eintritt. Nach einmaligem Aufkochen und nachherigem Erkaltenlassen erhält man perlmutterglänzende Schuppen, die nach dem Umkristallisieren aus Ligroin bei 73° schmelzen. Mischschmelzpunkt mit 2-Nitro-3, 5-Dichlor-Benzoylchlorid vom Schmelzpunkt 94·5°, 52—56°. Ausbeute 2·2 g, d. s. 75% der Theorie.

0·2584 g Substanz gaben 0·3563 g CO₂ und 0·0444 g H₂O.

C₈H₅O₄NCl₂. Ber.: C 38·40, H 2·01%.

Gef.: C 38·13, H 1·95%.

2 - Nitro - 3, 5 - Dichlor - Benzo es ä u r e ä t h y l e s t e r.

Dieser Ester wurde genau so hergestellt wie der Methylester. Ausbeute 2·4 g aus 3 g Säurechlorid, d. s. 77% der Theorie. Nach dem Kristallisieren aus Ligroin schmilzt der Äthylester bei 69°. Mischschmelzpunkt mit dem Methylester vom Schmelzpunkt 73°, zirka 50°.

0·2652 g Substanz gaben 0·3949 g CO₂ und 0·0604 g H₂O.

C₉H₇O₄NCl₂. Ber.: C 40·91, H 2·67%.

Gef.: C 40·61, H 2·54%.