

428. W. Halberstadt: Dibrombenzoëssäure aus Orthoparadinitrobenzoëssäure.

[Aus dem analytischen Laboratorium der technischen Hochschule in Aachen.]

Vorläufige Mittheilung.

(Eingegangen am 15. Oktober.)

Durch Einwirkung von Brom auf Orthonitrobenzoëssäure unter Druck erhielten Claus und Lade Dibrombenzoëssäuren und Brombenzol; unter denselben Bedingungen gelang es mir darauf aus Paranitrobenzoëssäure, Dibrombenzoëssäure und Brombenzole zu erhalten.

Es schien nicht uninteressant zu ermitteln, wie sich Brom gegen Orthoparadinitrobenzoëssäure (dargestellt nach den Angaben von Claus und Halberstadt durch Nitriren der Paranitrobenzoëssäure unter Druck) auf die nämliche Weise im eingeschmolzenen Rohre verhält. Auch hier spalten sich die Nitrogruppen vollständig, die Carboxylgruppen aber nur zum Theil ab, es entsteht keine Nitrobrombenzoëssäure, sondern es bildet sich ebenfalls Dibrombenzoëssäure und Brombenzole.

Die so erhaltene Dibrombenzoëssäure zeigt den Schmelzpunkt 223° (uncorr.). Dieselbe krystallisirt aus einem Gemisch von Wasser und Alkohol in feinen, nadelförmigen, farblosen Krystallen ohne Krystallwasser. In Aether und Alkohol ist die Säure leicht, in Wasser weniger leicht löslich.

Das Barytsalz derselben krystallisirt aus einem Gemisch von Wasser und Alkohol in weissen, zusammenhängenden, kleinen Krystallen mit $4\frac{1}{2}$ Molekülen Wasser.

Die Barytbestimmung im Barytsalze hatte folgendes Ergebniss: 0.2190 g des bei 150° getrockneten Salzes lieferte beim Zersetzen mit concentrirter Schwefelsäure $0.0720 \text{ g Ba SO}_4 = 0.0424 \text{ g Ba} = 19.36 \text{ pCt. Ba}$.

	Berechnet	Gefunden
	$(\text{C}_7\text{H}_3\text{Br}_2\text{O}_2)_2\text{Ba}$	
Ba	695 19.71	19.36 pCt.

Die Krystallwasserbestimmung:

0.2160 g des lufttrocknen Salzes ergaben auf 150° erhitzt einen Gewichtsverlust von $0.0220 \text{ g H}_2\text{O} = 10.13 \text{ pCt. H}_2\text{O} = 4\frac{1}{2}$ Moleküle.

	Berechnet	Gefunden
	$(\text{C}_7\text{H}_3\text{Br}_2\text{O}_2)_2\text{Ba} + 4\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$	
	695	
	81	
H ₂ O	$\frac{81}{766} = 10.43 \text{ pCt.}$	10.13 pCt.

Aachen, den 14. October 1881.