

428. W. Halberstadt: Dibrombenzoësäure aus Orthoparadinitrobenzoësäure.

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

Vorläufige Mittheilung.

(Eingegangen am 15. Oktober.)

Durch Einwirkung von Brom auf Orthonitrobenzoësäure unter Druck erhielten Claus und Lade Dibrombenzoësäuren und Brombenzol; unter denselben Bedingungen gelang es mir darauf aus Paranitrobenzoësäure, Dibrombenzoësäure und Brombenzole zu erhalten.

Es schien nicht uninteressant zu ermitteln, wie sich Brom gegen Orthoparadinitrobenzoësäure (dargestellt nach den Angaben von Claus und Halberstadt durch Nitiren der Paranitrobenzoësäure 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 Nitrobrombenzoësäure, sondern es bildet sich ebenfalls Dibrombenzoësäure und Brombenzole.

Die so erhaltene Dibrombenzoësäure zeigt den Schmelzpunkt 223° (uncorr.). Dieselbe krystallisiert 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 krystallisiert 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 g Ba SO₄ = 0.0424 g Ba = 19.36 pCt. Ba.

Berechnet	Gefunden
(C ₇ H ₃ Br ₂ O ₂) ₂ 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 g H₂O = 10.13 pCt. H₂O == $4\frac{1}{2}$ Moleküle.

Berechnet	Gefunden
(C ₇ H ₃ Br ₂ O ₂) ₂ Ba + $4\frac{1}{2}$ H ₂ O	
695	
H ₂ O 81 $\frac{81}{766} = 10.43$ pCt.	10.13 pCt.

Aachen, den 14. October 1881.