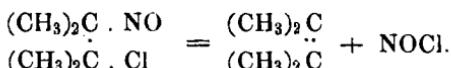


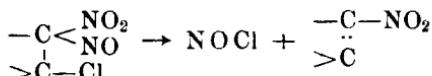
282. Roland Scholl und Georg Matthaiopoulos:
Zur Kenntniss der α -Halogenketoxime.

(Eingegangen am 1. Juni; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. E. Täuber.)

Körper, welche Nitrosyl und Chlor an benachbarten Kohlenstoffatomen enthalten, spalten unter geeigneten Bedingungen Nitrosylchlorid oder dessen Bestandtheile ab, indem als Folge des Freiwerdens zweier Kohlenstoffvalenzen eine Alkyldoppelbindung entsteht. So wird z. B. Tetramethyläthylennitrosochlorid durch kochendes Wasser oder durch alkoholisches Kali und Ammoniak in Tetramethyläthylen verwandelt:



Ausgehend von den α -Halogenpseudonitrolen hofften wir auf demselben Wege:



zu den noch wenig bekannten Nitroalkylenen der Fettreihe¹⁾ zu gelangen.

Die Pseudonitrole haben nach der neuerdings wieder in den Vordergrund getretenen²⁾ ursprünglichen Auffassung V. Meyer's als Abkömmlinge des Nitronitrosomethans, $\begin{array}{c} \text{R}_1 \\ | \\ \text{---C} < \text{NO}_2 \\ | \\ \text{R}_2 \end{array}$ zu gelten und gerade die Uebereinstimmung in der blauen Farbe der Pseudonitrole mit den Nitrosochloriden ist geeignet, in dieser Anschauung zu bestärken.

Zur Darstellung der bisher unbekannten Halogenpseudonitrole wurde, da die Bereitung der für die V. Meyer'sche Pseudonitrolsynthese nötigen α -Halogennitroparaffine mit secundärer Nitrogruppe in einfacher Weise wohl kaum durchführbar sein dürfte, der Weg über die α -Halogenketoxime gewählt:



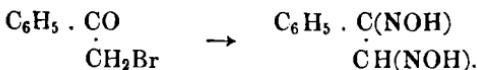
Während aus der Reihe der Halogenaldoxime und Halogenglyoxime vereinzelte Vertreter, z. B. Chloraloxim, Butyrychloraloxim, Chlormethylglyoxim u. A. bekannt geworden sind, waren bei allen bisherigen Versuchen, die α -Halogenketoxime darzustellen, statt dieser, nach einem der Osazonbildung aus Ketosen und Phenylhydrazin entsprechenden Vorgang, Glyoxime erhalten worden. So hat, um das älteste Beispiel dieser Art anzuführen, schon im Jahre 1883 Schramm³⁾

¹⁾ vgl. Askenasy und V. Meyer, diese Berichte 25, 1701.

²⁾ Behrend und Tryller, Ann. d. Chem. 183, 212 ff.; Scholl und Sandsteiner, diese Berichte 29, 87; Born, ebend. 29, 90.

³⁾ Diese Berichte 16, 2183.

im Laboratorium V. Meyer's aus dem ω -Monobromacetophenon einen Körper erhalten, welcher später von Strassmann als Phenylglyoxim erkannt worden ist¹⁾:



Auch Hantzsch und Wild²⁾ haben vor Kurzem die Meinung ausgesprochen, dass α -Halogenaldehyde und α -Halogenketone bei der Einwirkung von Hydroxylamin ohne nachweisbare Zwischenprodukte in Glyoxime übergehen.

Um so bemerkenswerther ist die Thatsache, dass die α -Halogenacetoxime unter geeigneten Bedingungen in vortrefflichen Ausbeuten entstehen und unter gewöhnlichen Umständen ganz beständige Körper sind. Gegen Temperaturerhöhung sind sie freilich sehr empfindlich und selbst im Vacuum nur zum Theile unzersetzt destillirbar. Mit Hydroxylamin gehen sie, wie dies nach den Versuchen von Hantzsch und Wild zu erwarten war, leicht in Glyoxime über.

So geringe Schwierigkeiten die Umwandlung der Halogenketone in Halogenketoxime bereitet hat, nachdem die Methode einmal ausgearbeitet war, so unangenehme Erfahrungen haben wir mit der Reindarstellung der nötigen Halogenketone gemacht. Das Monochloraceton allerdings ist vor Kurzem von Fritsch³⁾ nach einem bequemen Verfahren in reiner Form erhalten worden. Monobrom- und Monoiodaceton, als nichtdestillirbare Oele beschriebene Körper, hat dagegen bisher Niemand in reinem Zustande in Händen gehabt. Wir haben das Monoiodaceton in ganz reiner Form dargestellt und so wenigstens den Weg gewiesen, auf welchem auch das Monobromaceton in einfacher Weise frei von Dibromaceton wird erhalten werden können.

Werden diese Körper in rohem Zustande, also namenlich mit dihalogensubstituirten Ketonen gemengt, zur Reaction gebracht, so erhält man ein Gemisch von Ketoximen, aus welchem die einzelnen Bestandtheile wegen ihrer fast übereinstimmenden Siedepunkte nicht oder nur mit grossen Verlusten abgeschieden werden können.

Die Beständigkeit der den α -Halogenketoximen entsprechenden halogensubstituirten Pseudonitrole ist gering und sinkt vom Chlor- zum Brom- zum Jodkörper, so dass wir das Monoiodpropylpseudonitrol überhaupt nicht erhalten konnten.

¹⁾ Diese Berichte 22, 419. Neuerdings ist es mir mit Hrn. Korten gelungen, auch das ω -Monobromacetophenoxim in einfacher Reaction mit guter Ausbeute als einen Körper von grosser Krystallisationsfähigkeit zu gewinnen.

Scholl.

²⁾ Ann. d. Chem. 289, 285 und 292. ³⁾ Ann. d. Chem. 279, 313.

Die beabsichtigte Umwandlung der α -Halogenpseudonitrole in Nitroalkylene ist uns bisher nicht gelückt, wohl nur aus äusseren Gründen, da wir noch zu wenig Versuche in dieser Richtung ange stellt haben. Diese werden, auch was Darstellung und Eigenschaften der substituirten Oxime anlangt, fortgesetzt. Wir veröffentlichen die Arbeit in diesem unfertigen Zustande nur deshalb, weil wir nicht in der Lage sind, sie gemeinsam fortzusetzen.

Experimentelles.

Monochloracetoxim, $\text{CH}_2\text{Cl} \cdot \text{C}(\text{NOH}) \cdot \text{CH}_3$.

In 10 g reines nach Fritsch¹⁾ dargestelltes Monochloraceton wird eine kalt gesättigte Lösung von 7.14 g (= 95 pCt. der theoretisch nöthigen Menge) salzauren Hydroxylamins, die mit 14 g Krystalsoda versetzt ist, langsam bei 0° eingetragen, wobei sich Kohlendioxyd entwickelt und Chlornatrium abscheidet. Nach 2-stündigem beständigem Schütteln im Scheidetrichter bei gewöhnlicher Temperatur wird die Emulsion ausgeäthert, die ätherische Lösung mit wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet und der Aether verjagt. Das zurückbleibende, unter gewöhnlichem Drucke nicht unzersetzt siedende Oel fractionirt man im Vacuum, wobei es nach einem geringen, aus Monochloraceton bestehenden Vorlaufe in der Hauptmenge bei 71.2° (Bar. 9 mm, Temp. des Bades 94°) übergeht. Dieses in einer Ausbeute von 82 pCt. des angewandten Monochloracetons erhaltene Destillat ist reines Monochloracetoxim.

Analyse: Ber. für $\text{C}_3\text{H}_6\text{NOCl}$.

Procente: Cl 33.02.

Gef. » » 33.04.

Es bildet ein auch bei langem Stehen wasserhell bleibendes Oel, welches namentlich die Augen so stark angreift, dass das Arbeiten damit höchst unangenehm ist. Sein Siedepunkt verändert sich mit dem Drucke folgendermaassen:

Druck 9 mm 21 mm 45 mm 727 mm

Siedepunkt 71.2° 84.5° 98.0° 171° (unter Zersetzung).

In kleiner Menge bei gewöhnlichem Barometerstande (727 mm) sorgfältig erhitzt, destillirt es unter geringer Zersetzung bei 171° (uncorr.). Wenn man es aber im Oelbad mit aufsteigendem Luftkühler zum Sieden bringt, so tritt allmählich heftige Zersetzung ein, welche, einmal ordentlich eingeleitet, es ohne weitere Wärmezufuhr im Sieden erhält. Unter anfänglicher Bräunung und schliesslicher Schwärzung der Flüssigkeit scheidet sich alsbald Chlorammonium in Krystallen ab (durch Behandeln der Masse mit Wasserdampf leicht rein erhalten) und beim Oeffnen des Gefässchens entweicht Chlor-

¹⁾ Ann. d. Chem. 279, 213.

wasserstoff, während gleichzeitig der scharfe Geruch des Monochloracetons auftritt.

Selbst unter den angegebenen Bedingungen, also bei einer zur vollständigen Umwandlung des Chloracetons in Chloracetoxim unzureichenden Menge Hydroxylamins bildet sich stets etwas Methylglyoxim, welches im Destillationsrückstande bleibt.

Verwendet man auf 10 g Monochloraceton eine mit 19.5 g Krystalsoda versetzte Lösung von 9.5 g salzaurem Hydroxylamin (etwa 26 pCt. mehr als die Theorie für die Bildung von Monochloracetoxim verlangt) und verfährt sonst wie bei dem ersten Versuche, so erhält man nach dem Verdunsten des Aethers neben etwas ausgeschiedenem Methylglyoxim ein Oel, aus welchem durch Vacuumdestillation das Monochloracetoxim in einer Ausbente von 58.3 pCt. der Theorie erhalten werden kann, während der Destillationsrückstand aus unreinem Methylglyoxim besteht.

Werden dagegen auf 10 g Chloraceton 22 g mit 45.2 g Krystalsoda versetzten salzauren Hydroxylamins (etwa das Dreifache der für Chloracetoxim berechneten Menge) in wässriger Lösung eingetragen, so wird die anfänglich aus zwei Schichten bestehende Flüssigkeit nach einiger Zeit homogen. Da beim Ausschütteln einer kleinen Probe mit Aether eine durch wenig beigemengtes Chloracetoxim klebrige Masse erhalten wurde, haben wir die Flüssigkeit $\frac{1}{4}$ Stunde mit Wasserdampf behandelt, dann den Rückstand angesäuert und ausgeäthert. So erhält man schöne Krystallchen in beträchtlicher Menge, welche sich nach dem Umkrystallisiren aus Wasser als reines Methylglyoxim erweisen, für welches Hantzsch und Wild den Schmp. bei 156° fanden¹⁾.

Analyse: Ber. für $C_3H_6N_2O_2$.

Procente: N 27.41.

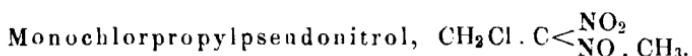
Gef. » » 27.39.

Als wir zur Darstellung des Monochloracetoxims käufliches Monochloraceton anwandten, welches nach dreimaligem Fractioniren bei $117.5-119^{\circ}$ überging, somit in dieser Form ein reines Präparat darzustellen schien, entstand ein Oel vom constanten Sdp. 76.5° (bei 14 mm), welches aber trotzdem ein Gemisch von Mono- und Dichloracetoxim darstellte. Die mit Präparaten verschiedener Darstellung gemachten Analysen:

Procente: C 31.54, 31.50, H 5.47, 5.41, N 12.61, 12.63, Cl 36.85. stimmen auf ein Mischungsverhältniss von 77.4 pCt. Mono- und 22.6 pCt. Dichloracetoxim. Die Siedepunkte des Mono- und Dichloracetons liegen nur um 2° auseinander, eine Erscheinung, welche sich

¹⁾ I. c. S. 2921.

bei den oximirten Körpern wiederzufinden scheint. Weder durch Destillation, noch durch Ausfrieren des schön krystallisirenden Dichloracetoxims, welches wir in kleiner Menge isoliren konnten, war eine weitere Trennung zu erreichen. Auch durch weiteres Behandeln mit Hydroxylamin konnten wir das Dichloretoxim aus der Mischung nicht entfernen, ohne gleichzeitig die monochlorirte Verbindung anzugreifen.



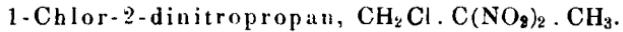
In eine Lösung von 20 g Monochloracetoxim in 400 g gewöhnlichem Aether werden unter Umschütteln langsam 12.8 g flüssigen Stickstofftetroxyds eingetragen und die erhaltene Flüssigkeit zur Vermeidung von Temperaturerhöhung in kaltem Wasser stehen gelassen. Schon nach 20 Minuten hat sie die dunkelblaue Farbe der Pseudonitrollösungen angenommen, bleibt aber zur Vollendung der Umsetzung 3 Stunden stehen. Der Versuch, sie von dem theilweise rückgebildeten Monochloraceton durch Schütteln mit Bisulfitlösung zu befreien, misslang, da hierbei eine von starker Wärmeentwicklung begleitete heftige Zersetzung eintrat. Auch beim Schütteln mit verdünnter Sodalösung wird das Monochlorpropylpseudonitrol zersetzt, weshalb die ätherische Flüssigkeit nur mit Wasser gewaschen und der Aether nach dem Trocknen im Vacuum verdunstet wird. Zurück bleibt ein blaues Öl von unerträglichem Geruche, welches nicht zum Erstarren zu bringen ist und in welchem sich in ganz geringer, zur weiteren Untersuchung nicht hinreichender Menge farblose Krystalle vom Schmp. 167—168° abgeschieden hatten. Bei 0° hält es sich mehrere Stunden lang unverändert, bei gewöhnlicher Temperatur entwickelt es langsam aber beständig Stickstoffoxyde und ist nach 24 Stunden gewöhnlich grün geworden. Bisweilen beginnt aber schon nach kurzem Stehen eine plötzliche, von heftiger Gas- und Wärmeentwicklung begleitete Zersetzung. Bei solchen Eigenschaften war eine weitere Reinigung ausgeschlossen.

Dass der Körper nichts anderes als mit Monochloraceton verunreinigtes Monochlorpropylpseudonitrol sein kann, geht aus seiner Bildungsweise, seinen Eigenschaften und den annähernd stimmenden Analysenzahlen mit Sicherheit hervor.

Analyse: Ber. für $\text{C}_3\text{H}_5\text{N}_2\text{ClO}_3$.

Procente: N 18.30, Cl 23.27.

Gef. * » 16.94, » 23.56.



Aus 20 g Monochloracetoxim erhaltenes Pseudonitrol wurde in 100 g Eisessig gelöst und durch portionenweisen Zusatz einer Lösung von 7 g Chromsäure in Eisessig bei 30—40° oxydiert, wobei mit

weiterem Zusatz von Chromsäure zuweilen bis zu deren völliger Reduction gewartet wurde. Die erhaltene grüne Lösung wurde in Wasser gegossen, mit Natron neutralisiert und ausgeäthert. Der Aether, unter Anwendung eines Hempel'schen Siedeaufsatzen abdestillirt, hinterlässt in sehr geringer Menge das rohe Chlordintropropan, welches im Vacuum fractionirt eine bei 103—105° (Barom. 15.4 mm, Temp. des Bades 130—140°) siedende Hauptfraction liefert, die bei gewöhnlichem Drucke unter theilweiser Zersetzung bei 200—202° (uncorr.) übergeht. Sie stellt ein gelbliches, für sich und mit Wasserdämpfen leicht flüchtiges Oel von stechendem, aber nicht unangenehmem Geruche dar. Die Chlorbestimmung des für weitere Reinigung in zu geringer Menge verfügbaren Oeles hat folgenden an nähernd stimmenden Werth ergeben:

Analyse: Ber. für $C_3H_5N_2ClO_4$.

Procente: Cl 21.09.

Gef. » » 22.09.

Die Umwandlung des Monochlorpropylpseudonitrols in secundäres Nitropropylen ist uns, wie Eingangs erwähnt, noch nicht gegückt. Wir haben unsere Versuche zunächst in der Bromreihe fortgesetzt, in welcher wir, vermutlich mit krystallisirenden Körpern arbeitend, auf geringere Schwierigkeiten zu stossen hofften.

Monobromaceton.

Das bisher in reiner Form unbekannte Monobromaceton haben wir nach dem von Fritsch für das Monochloraceton angegebenen Verfahren dargestellt. Wir leiteten Brom mittels Luftstromes in eine Woulf'sche Flasche, worin sich Aceton (4 Th.) und Marmor in erbsengrossen Stücken (1 Th.) befanden, unter allmählichem Zufließen lassen von $2\frac{1}{2}$ Th. Wasser so lange ein, bis der Marmor zum grössten Theile aufgebraucht war. Die Reaction verläuft am glattesten bei 28—31°, wobei das Brom fast augenblicklich in Reaction tritt. Die Flüssigkeit blieb, wenn nöthig unter erneutem Zusatz von etwas Marmor, stehen, bis die Kohlensäureentwicklung aufgehört hatte. Hierauf wurde die obere ölige Schicht abgehoben, die Bromcalciummutterlauge ausgesalzen und die vereinigten, viel unverändertes Aceton enthaltenden, ölichen Flüssigkeiten im Vacuum destillirt, weil das Monobromaceton in grösseren Mengen unter gewöhnlichem Druck nicht ganz unzersetzt siedet. Nach dreimaligem Fractioniren erhält man so eine wasserhelle Flüssigkeit vom Sdp. 31.4° unter 8 mm Druck, welche sich bei längerem Stehen gelblich färbt, und deren Dämpfe die Augen heftig zu Thränen reizen. In kleinen Mengen siedet sie unter einem Drucke von 725 mm ohne Zersetzung (mit eingelegter Platinspirale) bei 136.5° (uncorr.). Sie ist fast reines Monobromaceton:

Analyse: Ber. für C_3H_5BrO .

Procente: Br 58.39.

Gef. » » 59.01.

und enthält noch kleine Mengen Dibromaceton, welche durch Destillation nicht entfernt werden können.

Will man sich reines, auch dibromacetofreies Monobromacetone in grösseren Mengen bereiten, so wird man wohl besser denselben Weg einschlagen, welchen wir weiter unten zur Darstellung reinen Monojodacetons angegeben und dort mit Erfolg beschritten haben: Man geht von dem leicht rein zu erhaltenden Chloraceton aus und lässt darauf Bromkalium in wässrig-methylalkoholischer Lösung längere Zeit (einige Tage) bei gewöhnlicher Temperatur einwirken. Die Ueberzeugung von der grösseren Zweckmässigkeit dieses Verfahrens haben wir leider für unsere Versuche zu spät gewonnen.

Monobromacetoxim, $CH_2Br \cdot C(NO\bar{H}) \cdot CH_3$.

Zu 50 g Monobromacetone trägt man eine mit 50 g Krystalsoda versetzte Lösung von 24 g salzaurem Hydroxylamin langsam bei 0° ein. Nach anderthalbstündigem Schütteln im Scheidetrichter wird ausgeäthert, der Aether nach dem Trocknen abdestilliert und das zurückbleibende Oel, ein Gemisch von unverändertem Keton mit Monobromacetoxim im Vacuum so lange destilliert, bis die Temperatur des Bades 80° erreicht hat, wodurch das unveränderte Bromacetone übergetrieben wird. Die Destillation muss hier unterbrochen werden, weil das Monobromacetoxim selbst im Vacuum, wenn in grösseren Mengen destilliert, nachdem ein Theil unverändert übergegangen ist, eine plötzliche Zersetzung unter Verkohlung erleidet. Das rückständige Oel wird vielmehr in einer Kältemischung aus Eis und Kochsalz zum Erstarren gebracht, wenn nötig von noch anhaftenden flüssigen Bestandtheilen durch Absaugen getrennt und wiederholt bei einer 40° nicht übersteigenden Temperatur aus tiefesiedendem Petroläther umkrystallisiert. Schmp. 36.5°.

Analyse: Ber. für C_3H_6NOBr .

Procente: Br 52.63.

Gef. » » 53.06.

Die Ausbeute an rohem festem Monobromacetoxim beträgt etwa 60 pCt. des angewandten Bromacetons. Sie wird aber durch das Umkrystallisiren aus Petroläther, wodurch kleine Mengen von anhaftendem Dibromkörper entfernt werden mussten, stark vermindert.

Das Monobromacetoxim krystallisiert in schönen, weissen Nadeln, welche sich nach mehrtägigem Stehen gelblich färben. Das Arbeiten damit ist für die Augen unerträglich. Ueber freier Flamme bei gewöhnlichem Drucke rasch erhitzt, explodirt es unter Entwicklung brauner Dämpfe und Abscheidung von Ammoniumbromid. Im Vacuum destilliert es in kleinen Mengen unzersetzt bei 82.8° (Barom. 8 mm,

Temperatur des Bades 106°). In grösseren Mengen erfolgt, nachdem etwa die Hälfte übergegangen ist, plötzlich eine heftige Zersetzung unter Gas- und Dampfentwicklung, Abscheidung von Ammoniumbromid und Verkohlung der ganzen Masse, wobei die Temperatur bis auf 100° hinaufsteigt. Beim Uebergießen mit kalter rauchender Salpetersäure entsteht unter Bromabscheidung ein nach Brompikrin riechendes Oel. Unsere Versuche zur Darstellung des

Monobrompropylpseudonitrols

waren nicht von dem gewünschten Erfolge begleitet. Versetzt man 10 g Monobromacetoxim in 200 g Aether mit 4.5 g Stickstofftetroxyd, so erhält man eine nach 4 stündigem Stehen grün gefärbte Lösung, welche erst nach dem Waschen mit Wasser die schöne Farbe der blauen Pseudonitrollösungen annimmt. Diese geht aber schon nach kurzem Stehen wieder in eine grüne über und kann durch erneutes Waschen mit Wasser wieder hervorgerufen werden. Die neuen Waschwässer zeigen stets stark saure Reaction. Daraus ergiebt sich, dass das Monobrompropylpseudonitrol sich schon bei gewöhnlicher Temperatur unter Abgabe von Säure-bildenden Stickstoffoxyden zerstetzt, welche die blaue Farbe seiner Lösung in eine grüne verwandeln. Verdunstet man den Aether, so hinterbleibt ein smaragdgrünes Oel, welches sich beim Erwärmen im Vacuum unter Entweichen von Stickstoffoxyden gelb färbt. Nach 3 maligem Fractioniren im Vacuum haben wir neben Bromacetone eine bei 84—86° (Barom. 11 mm) siedende Hauptfraction erhalten, welche aber nach den Ergebnissen der Analyse und Molekulargewichtsbestimmung keinen einheitlichen Körper darzustellen scheint. Die annähernde Uebereinstimmung ihres Siedepunktes mit dem des Monobromacetoxims ist eine zufällige Erscheinung, da der neue Körper ganz andere Eigenschaften zeigt. Auch scheint er, wenn einmal durch Fractioniren von gewissen Beimengungen getrennt, selbst unter gewöhnlichem Drucke ohne Zersetzung zu sieden. Seine genaue Untersuchung wird nur bei Darstellung grösserer Mengen und der dadurch ermöglichten Reindarstellung von Erfolg begleitet sein.

Monojodaceton.

Reines Monojodaceton ist unbekannt. Glutz und Fischer¹⁾ wollen es nach einer kurzen Notiz durch Einwirkung von Jodkalium auf Chloraceton, Clermont und Chautard²⁾ durch Behandeln von Aceton mit Jod und Jodsäure, erhalten haben. Erstere beschreiben es als braunes, nicht destillirbares, nach einiger Zeit gallertartig er-

¹⁾ Jahresber. 1871, 530.

²⁾ Bull. 43, 614.

starrendes Oel, letztere als syrupdicke Masse, welche nicht gereinigt werden könne. Wir haben den Versuch der zuletzt genannten Herren wiederholt und können ihre Angaben insofern bestätigen, als auch wir das »Jodaceton« nach ihrer Vorschrift in Form einer kohligen, mit Jod durchsetzten Masse erhalten haben, welche eine »Reinigung« völlig ausschloss.

Reines Monojodaceton haben wir folgendermaassen dargestellt. Zu 20 g reinem Monochloraceton wurde eine concentrirte wässrige Lösung von 40 g (Theorie 35.8 g) Jodkalium und hierauf Methylalkohol bis zur homogenen Lösung hinzugegeben. Nach einigen Stunden fängt das Monojodaceton an sich abzuscheiden. Es wird nach 48 Stunden als schweres, braunes Oel von der oberen Flüssigkeitsschicht getrennt, getrocknet und im Vacuum fractionirt. Fast die ganze Menge geht bei 58.4° unter einem Drucke von 11 mm völlig unzersetzt über. Ausbeute nahezu quantitativ.

Analyse: Ber. für C_3H_5JO .

Procente: J 68.95.

Gef. » » 69.07.

Monojodaceton ist eine klare, schwach gelblich gefärbte Flüssigkeit, welche denselben unerträglichen Geruch besitzt, wie die Chlor- und Bromverbindung.

Monojodacetoxim, $CH_2J \cdot C(NO_2) \cdot CH_3$.

In 13.3 g Monojodaceton wird eine mit der berechneten Menge Soda versetzte Lösung von 4.8 g (95 pCt. der Theorie) salzauren Hydroxylamins allmählich eingetragen. Schon nach kurzem Schütteln scheidet sich das Monojodacetoxim in Krystallen aus, welche abgesaugt und aus Petroläther umkrystallisiert, weisse Prismen vom Schmp. 64.5° darstellen, die sich oberflächlich bald gelblich färben.

Beim Behandeln des Monojodacetoxims in Aether mit Stickstofftetroxyd konnte die Entstehung eines Monojodpropylpseudonitrols auch nicht vorübergehend wahrgenommen werden.

Karlsruhe und Zürich, im Mai 1896.