

der Oxytrimethylbernsteinsäure ganz besonders geeignet. Auch die Ueberführung des Tolils in dessen Acetylverbindung geht sehr leicht von statten.

Bei dem Esterificiren der Säure mit Salzsäure und Alkohol, auch nach E. Fischer's neuer Methode, habe ich bis jetzt schlechte Ausbeuten bekommen, welche in Anbetracht der Anhäufung mehrerer Alkyle und der Oxygruppe leicht verständlich ist, weshalb ich die Esterification durch Einwirkung von Aethyljodid auf das Silbersalz ausgeführt habe. Ueber diese und die Substitution des Hydroxyla mit Halogen und dessen weitere Einwirkung auf Malonsäureester resp. auf Cyanessigäther und Malonitril werde ich in nächster Mittheilung berichten.

Helsingfors. Laboratorium des Polytechnicums.

292. Erwin Rupp: Ueber die perhalogenirten Phtalsäuren und das Hexajodbenzol.

(Eingegangen am 13. Juni; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Marckwald.)

Bekanntlich liefert die Tetrachlorphtalsäure, obwohl sie als di-orthosubstituirte Säure durch Alkohol und Salzsäure schwer esterificirbar sein sollte, mit diesen Agentien schon in der Kälte einen Monoester. Sie nimmt dadurch eine Ausnahmestellung ein, welche von V. Meyer durch ihre Neigung zur Anhydridbildung erklärt worden ist.

Es schien nun von Interesse die perhalogenirten Tere- und Iso-phtalsäuren in gleicher Weise zu untersuchen; da sie keine Anhydride bilden, war hier ein normales Verhalten, d. h. Ausbleiben der Esterbildung, zu erwarten.

Ich habe diese Säuren auf Veranlassung von Hrn. Geheimrath Victor Meyer dargestellt und auf ihr Verhalten untersucht.

In der That geben dieselben mit Salzsäure und Alkohol keine Ester.

Gleichzeitig stellte ich auch die noch nicht beschriebene Tetra-jod-o-phtalsäure dar, welche analog der Chlorphtalsäure Ester liefert.

Tetrabromterephthalsäure, $C_6Br_4 \begin{smallmatrix} \text{COOH} & 1 \\ & \text{COOH} & 4 \end{smallmatrix}$, wurde gewonnen durch Oxydation von Tetrabrom-*p*-xylol. Die allgemein üblichen Verfahren vermochten keine oder eine nur sehr unvollständige Umwandlung des Bromxylols herbeizuführen, diese verlief hingegen in gewünschter Weise mittels einer combinirten Oxydationswirkung von Kaliumpermanganat und Salpetersäure.

3 g Tetrabrom-*p*-xylol werden mit 2 g Kaliumpermanganat und 30 ccm Salpetersäure vom spec. Gew. 1.15 — 1.20 6 bis 8 Stunden lang im Bombenrohr auf 180° erhitzt, wonach der Körper in nadelig krystallisirte Säure verwandelt und das Mangan als Nitrat in Lösung gegangen ist. Die Temperatur bedarf einer sorgfältigen Regulirung, da eine Erhöhung derselben Zerstörung der Substanz zur Folge hat.

Die so erhaltene Tetrabromterephthalsäure wird durch Lösen in Alkali, Filtration und Wiederfällung mit Salzsäure von Spuren unveränderten Bromxylols getrennt, und aus viel siedendem Wasser umkrystallisirt.

Sie bildet feine, oft centrisch aggregirte Nadeln, löslich in Alkohol, Aether und Eisessig, nahezu unlöslich in kaltem Wasser und Benzol. Sie schmilzt bei annähernd 300° unter Zersetzung.

Analyse der Säure und des Ag-Salzes:

Ber. Procente: Br 66.39, Ag 31.03.

Gef. » » 66.10, » 30.82.

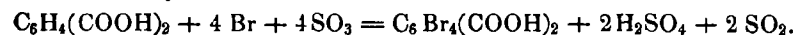
Esterificationsversuch: 1 g der Säure nach E. Fischer mehrere Stunden mit 3 procentigem Salzsäure-Methylalkohol gekocht und mit Soda behandelt, ergab einen Aetherauszug, welcher beim Verdampfen 3 mg (= 0.3 pCt.) festen Rückstand hinterliess. Das Silbersalz der wiedergewonnenen Säure lieferte einen Silberwerth von 30.44 pCt. (Tetrabromterephthalsäure = 31.03 pCt.). — Neutraler und saurer Ester waren somit nicht, oder höchstens spurweise gebildet.

Einfacher, wenn auch in geringer Ausbeute, lässt sich die Tetrabromterephthalsäure nach dem Juvalta'schen Halogenirungsverfahren¹⁾, durch directe Bromirung von Terephthalsäure in rauchend-schwefelsaurer Lösung gewinnen. Als günstige Versuchsbedingungen ergaben sich folgende:

5 g Terephthalsäure werden in 40 g rauchender Schwefelsäure von nachher zu besprechendem Anhydridgehalt gelöst, mit 20 g Brom sowie 0.5 g Jod versetzt und am aufgeschliffenen Rückflusskühler im Oelbade auf 65° erhitzt, wobei das Brom unter lebhafter Entwicklung von Schwefligsäure-Anhydrid allmählich verschwindet.

Die Temperatur wird im Verlauf von 5 Stunden auf 170° erhöht, schliesslich noch für kurze Zeit auf 200° gebracht, bis sich nur noch minimale Entwicklung von Schwefligsäure-Anhydrid bemerkbar macht.

Die Bildung der Tetrabromterephthalsäure lässt sich folgendermaassen interpretiren:



Das nach dem Erkalten durch Eingiessen in Wasser zur Abscheidung gebrachte Reactionsproduct enthält indess reichliche Mengen

¹⁾ Friedländer, Fortschritte der Theerfarbenfabrication 2, 93.

niedriger bromirter Terephtalsäuren und ca. 5 pCt. eines in Natronlauge unlöslichen Körpers, der als Hexabrombenzol identificirt werden konnte. Der Bromgehalt des so erhaltenen Säuregemenges betrug 54.82 pCt. (berechnet auf $C_6Br_4(COOH)_2 = 66.39$ pCt.).

Versuche, die nieder bromirten Säuren durch stärkere oder länger andauernde Erhitzung zu perbromiren, scheitern an der dann überwiegend auftretenden Bildung von Hexabrombenzol. Die Verwendung einer stärkeren Schwefelsäure hat Verkohlungen der Terephtalsäure zur Folge, wie überhaupt das Gelingen der Reaction im Wesentlichen vom richtigen Concentrationsgrade der Schwefelsäure abhängt. Dieselbe wird zweckmässig durch entsprechende Verdünnung der im Handel erhältlichen festen Pyroschwefelsäure mit 80 pCt. Anhydridgehalt hergestellt, indem man zu 100 Theilen der geschmolzenen Säure ca. 55 g käufliche concentrirte Schwefelsäure setzt.

Die Trennung der Terephtalsäure von niedriger bromirten Säuren gelingt in einfachster Weise durch das Esterifications-Verfahren.

An solchen Säuren können vorliegen: Monobromterephtalsäure, 3 Dibromterephtalsäuren und Tribromterephtalsäure.

Nach dem Estergesetz geben bei der Veresterung mit Salzsäure-Methylalkohol: Monobrom- und 2 Dibromsäuren neutrale Ester, eine Di- und die Tribromsäure saure Ester, die Tetrasäure bleibt unverändert. Bei der Behandlung des Esterificationsgemisches mit Soda bleiben die neutralen Ester ungelöst und können abfiltrirt werden, während die sauren Ester und unveränderte Tetrabromterephtalsäure in Lösung gehen.

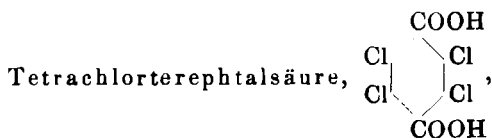
Man fällt mit Salzsäure, trocknet den Niederschlag und extrahirt ihn mit kleinen Mengen kalten Benzols, worin die sauren Ester grösstentheils löslich sind, die Tetrabromterephtalsäure hingegen nur spurenweise. Letztere wird hierauf ein- bis zweimal aus verdünnter Essigsäure umkrystallisirt.

Analyse der so dargestellten Säure:

Ber. Procente: Br 66.39.

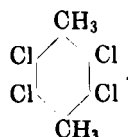
Gef. » » 65.94.

Die sauren Ester wurden nicht isolirt.



ist analog der bromirten Säure darstellbar aus *p*-Xylol durch Tetrachlorirung mit nachfolgender Oxydation, und aus Terephtalsäure durch directe Chlorirung.

Darstellung von Tetrachlor-*p*-xylol:



In eine Lösung von 10 g *p*-Xylol in 100 ccm Chloroform mit Zusatz von 1 g Eisenpulver wird unter Wasserkühlung und Abschluss directer Belichtung ein langsamer Chlorstrom eingeleitet, wobei die Lösung sich allmählich in einen Krystallbrei verwandelt, der im Wesentlichen zunächst aus Dibrom-*p*-xylol (Schmp. 70°) besteht. Mit dem Einleiten von Chlor wird nun noch so lange fortgefahren, bis eine auf Thon abgepresste Probe auf dem Wasserbade nicht mehr erweicht, was nach ca. dreitägigem Einleiten der Fall ist. Die Krystallmasse wird vom Chloroform abgesogen, zur Entfernung von etwaigen Spuren Xylols und flüssigen Monochlorxylols mit geringen Mengen Chloroform nachgewaschen, schliesslich mit Wasser von Eisenchlorid befreit. Mehrstündiges Kochen mit alkoholischer (reiner) Kalilauge ergibt keine Chlorreaction, aliphatisch chlorirte Xylole liegen somit nicht vor.

Das Tetrachlor-*p*-xylol krystallisirt aus Eisessig in farblosen, seideglänzenden Nadeln, ist leicht löslich in Aether, Benzol, heissem Alkohol und Eisessig. Schmp. 218°.

Analyse: Ber. Procente: Cl 58.19.

Gef. » » 57.96.

Behufs Oxydation werden 2 g Tetrachlor-*p*-xylol mit 2 g Kaliumpermanganat und 40 ccm Salpetersäure von 1.2 spec. Gew. ca. acht Stunden auf 180° in der Bombenröhre erhitzt. Das nadelig krystallisirte Reactionsproduct besteht der Analyse entsprechend aus Tetrachlor-*p*-toluylsäure. Schmp. 212°.

Analyse des Silbersalzes:

Ber. auf Tetrachlortoluylsäure Procente: Ag 26.27.

» » Tetrachlorterephthalsäure » » 41.69.

Gef. » » 25.84.

Die Säure wird in Kalilauge gelöst und so lange in der Wasserbadhitze mit Kaliumpermanganatlösung versetzt, bis die Färbung constant bleibt. Aus dem mit Alkohol entfärbten Filtrate wird die Tetrachlorterephthalsäure mit Salzsäure gefällt.

Nicht aufgeklärte Ursachen lassen zuweilen den (ersten) Oxydationsprocess (in der Bombe) in anderer Weise verlaufen, indem der Chlorkörper zu einer compacten Masse zusammenschmilzt, die in Alkali unlöslich ist und wenig Stickstoff enthält. Die Substanz lässt sich aus Eisessig umkrystallisiren und schmilzt dann inconstant bei 120—140°. Sie wurde nicht näher untersucht.

Die Säure wird durch Krystallisation aus siedendem Wasser in strahlig gruppirten farblosen Prismen erhalten. Sie ist löslich in

Alkohol, Eisessig und Aether, nahezu unlöslich in kaltem Wasser und Benzol. Schmp. 279—281°.

Analyse der Säure und des Ag-Salzes:

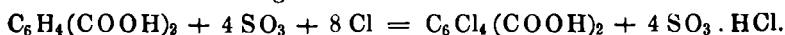
Ber. Procente: Ag 41.69, Cl 46.71.

Gef. » » 41.53, » 46.5.

Darstellung aus Terephtalsäure.

5 g Terephtalsäure werden in 25 g rauchender Schwefelsäure von oben erwähnter Concentration gelöst, mit 0.5 g Jod versetzt, im Oelbade auf 50° erwärmt und in mässig raschem Strome getrocknetes Chlor durchgeleitet, das unter reichlicher Nebelbildung absorbiert wird.

Der Process ist folgender:



Im Verlauf von vier Stunden wird die Temperatur auf 120° gesteigert, wobei die Masse krystallinisch verdickt und Chlorjod an die obere Gefässwandung sublimirt. Der Process ist hiermit im Wesentlichen vollendet und wird nach einer weiteren Stunde, während der die Temperatur schliesslich auf 180° erhöht worden ist, unterbrochen.

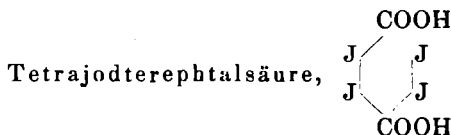
Das erkaltete Reaktionsgemisch giesst man in Wasser und trennt durch Lösen in Soda von gebildetem Hexachlorbenzol. Die mit Salzsäure wiedergefallte Chlorterephtalsäure ergab einen Chlorgehalt von 35.47 pCt. (berechnet auf Tetrachlorterephtalsäure = 46.71 pCt.), enthielt also reichliche Mengen nieder chlorirter Säuren, deren Perchlorirung ob der leichten Kohlensäureabspaltung und Bildung von Hexachlorbenzol nicht thunlich ist. Ihre Eliminirung gelingt in der bei der Perbromtereptalsäure angegebenen Weise durch die Esterificationsmethode und wiederholte Krystallisation.

Analyse der Säure und des Ag-Salzes:

Ber. Procente: Cl 46.71, Ag 41.69.

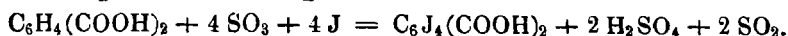
Gef. » » 46.42, » 41.34.

Ein mit 1.8 g der reinen Perchlorterephtalsäure angestellter Esterificationsversuch ergab keinen Ester; Gewicht des ätherischen Verdampfungsrückstandes = 4 mg; Metallwerth des aus der zurückgewonnenen Säure hergestellten Silbersalzes = 41.2 pCt. (Tetrachlorterephtalsäure = 41.69 pCt.)



5 g Terephtalsäure werden in einem geräumigen Erlenmeyer-Kolben mittels 40 g oben beschriebener rauchender Schwefelsäure in Lösung gebracht, im Oelbade auf 100° erhitzt und portionenweise mit 20 g fein gepulvertem Jod versetzt, wobei fortdauernd mit einem

Glasstab agitirt werden muss, um ein Festbacken zu verhindern. Jeder Jodzusatz hat starkes Aufschäumen unter Entwicklung von schwefliger Säure zur Folge:



Ist alles Jod eingetragen, so wird im Verlauf weiterer 4 bis 5 Stunden unter sehr häufigem Rühren die Temperatur auf 175° gesteigert, bis sich fast keine Schwefligsäure-Bildung mehr bemerkbar macht.

Das erkaltete, mit Wasser abgeschiedene und getrocknete Reactionsproduct wird auf dem Wasserbade erhitzt und schliesslich noch mit verdünnter schwefliger Säure gewaschen, um freies Jod zu entfernen. Auch hier entsteht als Nebenproduct ein in Lauge unlöslicher Körper, der, wie die Analogie vermuthen liess und die Analyse bestätigte, aus Hexajodbenzol besteht.

Die erhaltene Rohsäure ist reich an nieder jodirten Terephthalsäuren, denn die Analyse ergab:

69.01 pCt. Jod (Tetrajodterephthalsäure = 75.82 pCt.)

Letztere lassen sich in der wiederholt erwähnten Weise durch Esterification und mehrmalige Krystallisation aus Eisessig entfernen.

Die Tetrajodterephthalsäure bildet farblose Prismen, ist leicht löslich in Alkohol, schwer löslich in Eisessig, Aether, Benzol und siedendem Wasser.

Aus alkoholischer Lösung verdunstet, bildet sie derbe quadratische Prismen.

Bei $315-320^\circ$ unter Zersetzung schmelzend.

Analyse der Säure und des Ag-Salzes:

Ber. Proc.: J 75.82, Ag 24.43.

Gef. » » 76.19, » 24.3.

Wiederholte und unter verschiedenen Bedingungen, in der Kälte und bei Siedehitze, mit dreiprocentigem Salzsäuremethylalkohol sowie mit Methylalkohol und strömendem Salzsäuregas angestellte Esterbildungsversuche ergaben keine Spuren von Estern. Die erhaltenen Aetherauszüge verdampften rückstandslos, der Silberwerth des aus der zurückgewonnenen Säure hergestellten Silbersalzes betrug 24.62 pCt. (berechnet auf Tetrajodterephthalsäure = 24.43 pCt.).

Hexajodbenzol.

Der als Nebenproduct bei der Jodirung von Terephthalsäure auftretende alkaliunlösliche Körper entsteht fast ausschliesslich bei lang andauernder hoher Erhitzung des Jodirungsgemisches. Er ist ausgezeichnet durch seine Unlöslichkeit in allen gewöhnlichen Lösungsmitteln, kann jedoch aus siedendem Nitrobenzol umkrystallisirt werden.

Analyse: Ber. für C_6J_6 .

Procente: J 91.36.

Gef. » » 91.45.

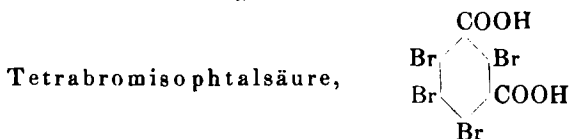
Zur Darstellung löst man bequemer 3 g Benzoëssäure in 30 g rauchender Schwefelsäure, erhitzt auf 120° und trägt nach und nach, im Laufe von ungefähr ½ Stunde 20 g Jod ein. Nach sechsständiger Erhitzung auf 180° giesst man in kaltes Wasser ein, trocknet und entfernt überschüssiges Jod durch Erhitzen auf dem Wasserbad.



Jodirte Benzoëssäuren werden mittels Alkali in Lösung gebracht, und das restirende Hexajodbenzol umkrystallisirt.

Es bildet feine rothbraune Nadeln; bei 340—350° unter Zersetzung schmelzend. In dem von A. v. Baeyer beschriebenen Umwandlungsproducte des Dijodacetyls vom Schmp. 184° kann somit nicht Hexajodbenzol vorliegen. Vgl. auch V. Meyer und Pemsel, diese Berichte 29, 1411.

Auch Shaw¹⁾, welcher das Hexajodbenzol als einen in Schwefelkohlenstoff löslichen farblosen Körper mit dem Schmp. 248° beschreibt, kann solches nicht in Händen gehabt haben.



kann analog der Tetrabromterephthalsäure aus Tetrabrom-*m*-Xylol durch Oxydation mittels Salpetersäure und Kaliumpermanganat in der Bombe erhalten werden.

Analyse der Säure und des Ag-Salzes:

Ber. Proc.: Br 66.39, Ag 31.03.

Gef. » » 66.03, » 31.09.

Andererseits ist sie in der unter Tetrabromterephthalsäure angegebenen Weise durch Bromirung von Isophtalsäure in rauchend schwefelsaurer Lösung darstellbar. Die mit niederbromirten Isophtalsäuren verunreinigte Rohsäure ergab einen Bromgehalt von 57.65 pCt. (berechnet auf Tetrabromisophtalsäure = 66.03 pCt.). Die Reingewinnung der Tetrabromisophtalsäure erfolgt in bekannter Weise durch die Esterificationsmethode und wiederholte Krystallisation aus siedendem Wasser.

Analyse: Ber. Procente: Br 66.39.

Gef. » » 65.84.

Farblose feine Nadeln. Löslich in Aether, Eieisig und Methylalkohol. Unlöslich in Benzol und kaltem Wasser Schmp. 288—292°.

1 g der reinen Säure ergab bei der Veresterung 0.006 g nicht sauren Verdampfungsrückstandes, und ein Silbersalz mit 30.45 pCt. Ag (berechnet auf Tetrabromisophtalsäure = 31.03 pCt.). Es konnten somit nur spurweise Ester gebildet worden sein.

¹⁾ Diese Berichte 26, Ref. 58.



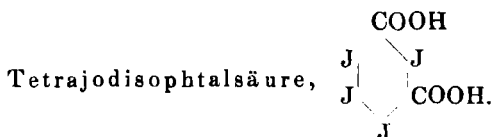
Die Darstellung durch directe Chlorirung von Isophtalsäure in rauchend schwefelsaurer Lösung bietet ob der sehr erheblichen Nebenbildung von Hexachlorbenzol keine Vorteile, hingegen wird die Säure in guter Ausbeute durch Oxydation von Tetrachlor-*m*-Xylol mit Kaliumpermanganat und Salpetersäure in der bei Tetrachlorterephtalsäure angegebenen Weise erhalten; es ist gleichfalls mit alkal. Kaliumpermanganatlösung nachzuoxydiren. Die zunächst gebildete Tetrachlor-*m*-Toluylsäure schmilzt bei 180—181°.

Analyse der Tetrachlorisophtalsäure und des Ag-Salzes:

Ber. Proc.: Cl 46.71, Ag 41.69.

Gef. » » 47.05, » 41.41.

Die Tetrachlorisophtalsäure bildet farblose feine Nadeln, ist leicht löslich in Methyl- und Aethylalkohol, weniger leicht löslich in Aether und Eisessig. Fast unlöslich in kaltem Wasser und Benzol. Schmp. 267—269°. Ein mit 1 g der Säure angestellter Esterversuch ergab 0.0042 g nicht sauren Rückstand aus dem ätherischen Extracte und ein Silbersalz mit 40.97 pCt. Metallwerth (tetrachlorisophtalsaures Silber = 41.69 pCt. Ag).



Durch Jodirung einer rauchend schwefelsauren Isophtalsäurelösung in den bei der Tetrajodtereptalsäure gegebenen Verhältnissen wurde nach der Abscheidung des gebildeten Hexajodbenzols ein Gemisch jodirter Isophtalsäuren mit 67.39 pCt. Jod erhalten, aus dem durch Esterification die nieder jodirten Säuren entfernt, und nach wiederholter Krystallisation aus verdünntem Eisessig reine Tetrajodisophtalsäure gewonnen wurde.

Analyse der Säure und des Ag-Salzes:

Ber. Procente: J 75.82, Ag 24.43.

Gef. » » 75.4, » 24.35.

Gelbliche Prismen, löslich in Methylalkohol, schwerlöslich in Aether, Eisessig und siedendem Wasser. Bei 308—312° unter Zersetzung schmelzend.

Bei Veresterungsversuchen wurde die unveränderte Säure zurück erhalten.

Analyse des daraus hergestellten Silbersalzes:

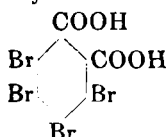
Ber. auf Tetrajodisophtalsäure.

Procente: Ag 24.43.
Gef. » » 24.08.

Bedeutend einfacher gestaltet sich die Darstellung der Perhalogen-*o*-phtalsäuren im Sinne der Juvalta'schen Patentvorschrift.

Da die Phtalsäure unter der Einwirkung der rauchenden Schwefelsäure in ihr Anhydrid $C_6H_4 \begin{smallmatrix} CO \\ CO \end{smallmatrix} O$ übergeht, besteht keine Möglichkeit zur Kohlensäureabspaltung mehr, die Bildung von Perhalogenbenzolen ist somit ausgeschlossen und können die Halogenirungsgemische daher so lange erhitzt werden, bis die Phtalsäure vollständig tetrahalogenirt ist.

Auf diese Weise dargestelltes Tetrabromphtalsäure-Anhydrid, $C_6Br_4 \begin{smallmatrix} CO \\ CO \end{smallmatrix} O$, wird durch Lösen in siedender Sodalösung und Ausfällen mit Salzsäure in die Hydratsäure

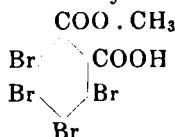


übergeführt. Sie erweist sich als identisch mit der von Blümlein¹⁾ durch Oxydation von Tetrabrom-*o*-xylol dargestellten Tetrabrom-*o*-phtalsäure.

Analyse: Ber. Procente: Br 66.39.
Gef. » » 66.28.

Esterificationsversuch:

2 g Tetrabromphtalsäure mit 3procent. Salzsäure-Methylalkohol 4 Stunden in der Siedehitze behandelt, ergaben 0.4 pCt. ätherischen Verdampfungsrückstand, welcher vermuthlich aus neutralem Ester bestand, ob seiner geringen Menge jedoch nicht näher untersucht werden konnte, sowie 97 pCt. an Monomethylester:



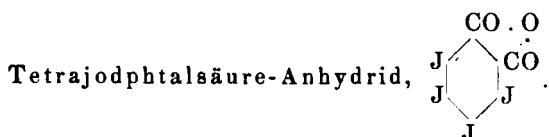
Analyse des Silbersalzes: Ber. Procente: Ag 17.91.
Gef. » » 17.37.

Er krystallisirt aus methylalkoholischer Lösung beim Verdünnen mit Wasser in seidenglänzenden Schuppen.

Leicht löslich in Benzol, Aether, Methyl- und Aethylalkohol.

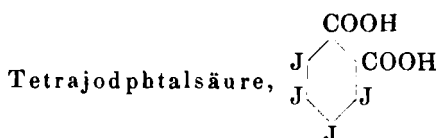
Beim Erhitzen sintert er zusammen und schmilzt bei 267°.

¹⁾ Diese Berichte 17, 2494.



Das aus dem Jodirungsgemisch von Phtalsäure resp. Phtalsäureanhydrid abgeschiedene Tetraiodphtalsäureanhydrid stellt nach der Krystallisation aus Eisessig feine citronengelbe Nadeln dar, die in allen gewöhnlichen Lösungsmitteln nahezu unlöslich sind. Schmelzpunkt 320—325°.

Jodgehalt: Ber. Procente: 77.91.
Gef. " 78.09.



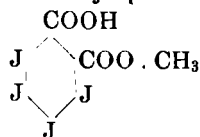
Tetraiodphtalsäureanhydrid wird durch Kochen mit Natronlauge in das sehr schwer lösliche Natriumsalz der Tetraiodphtalsäure übergeführt, durch viel Wasser in Lösung gebracht und mittels Salzsäure die Tetraiodphtalsäure gefällt. In Eisessig, Alkohol und Aether sehr schwer löslich. Aus Nitrobenzol in derben Nadeln krystallisierend. Schmp. 324—327°.

Analyse: Ber. Procente: Jodgehalt 75.82, Ag-Gehalt des Silbersalzes 24.43.
Gef. " " 75.60, " " " 24.17.

2 g Säure der Esterification unterworfen, ergaben 0.25 pCt. neutralen Esters, welcher ob seiner geringen Menge nicht näher untersucht werden konnte. Eine in das Silbersalz übergeführte Probe des aus der Sodalösung mit Salzsäure gefällten Niederschlages (Monoester und Säure) ergab den Metallwerth 15.89 pCt.

Berechnet auf tetraiodphtalsaures Silber . . . = 24.43 pCt. Ag.
" " das Silbersalz des Monomethylesters = 13.9 " "

Der Niederschlag bestand somit aus 18.1 pCt. unveresterter Tetraiodphtalsäure und 81.9 pCt. Tetraiodphtalsäuremonomethylester,



welcher durch wiederholte Krystallisation aus Eisessig rein erhalten wurde.

Ag-Wert des Silbersalzes: Ber. Procente: 13.90.
Gef. " 13.98.

Der Ester bildet schwefelgelbe, glänzende Schuppen, ist leicht löslich in Alkohol, Aether und Benzol. Er schmilzt unter Zersetzung bei 298°.

Heidelberg. Universitäts-Laboratorium.