Gedruckt mit Unterstützung aus dem Jerome und Margaret Stonborough-Fonds

Brom- und Bromnitroäther des Pyrogallols

XII. Mitteilung über Bromphenole[1]

Von

Moritz Kohn und Sara Grün

(Mit 4 Textfiguren)

Aus dem chemischen Laboratorium der Wiener Handelsakademie

(Vorgelegt in der Sitzung am 12. März 1925)

Die Bromierung des Pyrogallols ist vor 58 Jahren von Hlasiwetz[2] ausgeführt worden. Er hat bei einem ziemlich energischen Bromierungsverfahren, durch Verreiben des Pyrogallols mit Brom und darauffolgendes Verjagen des überschüssigen Broms auf dem Wasserbade, das Tribrompyrogallol erhalten.

In gleicher Weise hat Will[3] den Pyrogalloltrimethyläther bromiert. Auf diesem Wege ist von Will der Tribrompyrogalloltrimethyläther dargestellt worden.

Wir haben nun versucht, die Bromierung des Pyrogalloltrimethyläthers unter milderen Bedingungen vorzunehmen, um so zu einem Monobrom-, eventuell zu einem Dibromderivat zu gelangen.

Wir haben gefunden, daß bei der Bromierung des Pyrogalloltrimethyläthers in Tetrachlorkohlenstofflösung mit einem Mol Brom sich kein einheitlicher Körper isolieren läßt; denn das Reaktionsprodukt geht innerhalb weiter Siedegrenzen über. Hingegen liefert die Bromierung mit zwei Molen Brom in Tetrachlorkohlenstoff einen flüssigen, unter Atmosphärendruck ziemlich unzersetzt destillierbaren Dibrompyrogalloltrimethyläther. Der Körper läßt sich leicht nitrieren und gibt ein Mononitroderivat vom Schmelzpunkt 110°

Unterzieht man aber den symmetrischen Pyrogallolldimethyläther der Bromierung mit zwei Molen Brom in Tetrachlorkohlenstofflösung, so bekommt man ein festes Dibromderivat vom Schmelzpunkt 76°

Die Methylierung dieses krystallisierten Dibrompyrogalloldimethyläthers führt zu einem flüssigen Dibrompyrogalloltrimethyläther, der sich als verschieden erweist von dem bereits erwähnten, durch direkte Bromierung des Pyrogalloltrimethyläthers darstellbaren Dibrompyrogalloltrimethyläther. Der Körper, welcher durch Methylierung des festen Bromierungsproduktes des symmetrischen Pyrogalloldimethyläthers erhalten wird, siedet etwa 15° höher

---

[1] XI. Mitteilung: M. Kohn und S. Grün: Bromierung des Hydrochinonmonomethyläthers und des Nitrohydrochinondimethyläthers. Vorgelegt der Akademie der Wissenschaften in der Sitzung vom 11.. Dezember 1924.

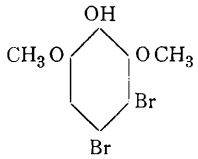
[2] Annalen, *142*, 249 (1867).

[3] Berliner Berichte, *21*, 607.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

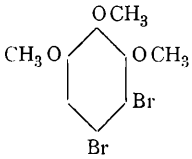
als das Produkt der direkten, vorsichtigen Bromierung des Pyrogalloltrimethyläthers. Der höher siedende Dibromäther ist auch ohne Schwierigkeit nitrierbar und liefert ein zwischen 84 bis 86° schmelzendes Mononitroderivat.

Das feste Bromierungsprodukt des symmetrischen Pyrogalloldimethyläthers muß nach den Substitutionsgesetzen als das 1, 3-Dimethoxy-2-oxy-4, 5-Dibrombenzol (I.) aufgefaßt werden.

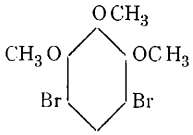


I.

Das zur Hydroxylgruppe paraständige Wasserstoffatom muß jedenfalls durch Brom substituiert worden sein. Der zugehörige Methyläther ist daher das 1, 2, 3-Trimethoxy-4, 5-Dibrombenzol (II). Dem isomeren Dibrompyrogalloltrimethyläther, welcher durch Bromieren des Pyrogalloltrimethyläthers in Tetrachlorkohlenstofflösung entsteht, muß demnach die Struktur des 1, 2, 3-Trimethoxy-4, 6-Dibrombenzols (III.)



II.



III.

zugeschrieben werden.

Craus und Crede[1] beschreiben einen Dibrompyrogalloldimethyläther vom Schmelzpunkt 70°, den sie ausgehend vom 1, 3-Pyrogalloldimethyläther durch Sulfurierung und Behandlung des Natriumsalzes der Sulfosäure mit Brom in der Wärme erhalten haben. Vielleicht ist dieser Ather mit 1 identisch.

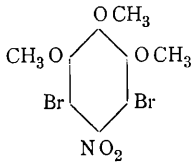
Ferner erwähnen die gleichen Autoren einen Dibrompyrogalloltrimethyläther vom Schmelzpunkt 75 bis 76°, welchen sie, ausgehend vom Pyrogalloltrimethyläther durch Sulfurierung und Behandeln des Natriumsalzes der Sulfosäure mit Brom gewonnen haben. Über die Stellung der Bromatome in diesen beiden Äthern findet sich in der Arbeit von Craus und Crede keine Angabe.

Der durch Nitrierung des Äthers (III) darstellbare Nitrokörper vom Schmelzpunkt 110° ist das 1, 2, 3-Trimethoxy-5-nitro-4, 6-Dibrombenzol (IV), während das Nitrierungsprodukt des Dibrompyrogallol-

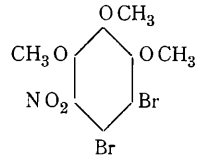
[1] Amer. Chem. Soc., *39*, 1431—1435. (Zentralblatt 1918, I. Bd., p. 23.)

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

trimethyläthers (II) vom Schmelzpunkt 84 bis 86°, welcher ausgehend vom symmetrischen Pyrogalloldimethyläther auf dem Wege über I erhalten wurde, das 1, 2, 3-Trimethoxy-6-nitro-4, 5-Dibrombenzol (V)



IV.



V.

sein muß.

Daß das Nitroderivat IV höher schmilzt als das Nitroderivat V, ist auch mit Rücksicht auf den symmetrischen Bau von IV zu erwarten.

Daß die im Vorangehenden dargelegte Auffassung über die Stellung der Bromatome in den beiden isomeren Dibrompyrogalloltrimethyläthern und den beiden isomeren Dibromnitroäthern richtig ist, wird in einer im hiesigen Laboratorium ausgeführten, demnächst zur Veröffentlichung gelangenden Arbeit erwiesen werden.

Wir haben den Nitrodibrompyrogalloltrimethyläther vom Schmelzpunkt 110° (IV) durch Kochen mit einem Gemisch von rauchender Bromwasserstoffsäure und Eisessig zu entmethylieren versucht. Dabei haben wir beobachtet, daß deutliche Abspaltung von Brom erfolgt und das Reaktionsgemisch einen krystallisierten Körper enthält, dessen vollständige Analysen lehren, daß Tribrompyrogallol vorliegt. Diese interessante Reaktion ist vielleicht so zu deuten, daß unter dem Einfluß des Bromwasserstoffes zunächst Reduktion der Nitrogruppe zur Aminogruppe erfolgt, worauf die Abspaltung des elementaren Broms schließen läßt.

Die Aminogruppe des Dibromderivates könnte dann entweder mit dem Wasserstoffatom des Bromwasserstoffes Amoniak bilden, während das Brom die Stelle der

$$C_6(OH)_3\,Br_3\,NH_2 + HBr = C_6(OH)_3\,Br_2 + NH_2$$

Aminogruppe einnimmt: oder es könnte die Dibromaminoverbindung direkt mit dem freien Brom in Reaktion getreten sein, indem die Aminogruppe durch Brom substituiert wird,

$$2\,C_6(OH)_3\,Br_2\,NH_2 + Br_6 = 2\,C_6(OH)_3\,Br_3 + 4\,HBr + N_2$$

während gleichzeitig Bromwasserstoff und Stickstoff entstehen.

Es ist bereits erwähnt worden, daß Hlasiwetz[1] als Erster das Tribrompyrogalloll beschrieben hat, allerdings gibt er weder Analysenzahlen noch einen Schmelzpunkt an. Hemmelmayr[2],

---

[1] A. a. O.

Monatshefte, *32*, 784.

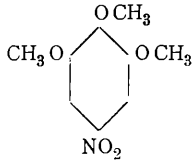
©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

welcher die Bildung des Tribrompyrogallols bei der Einwirkung von Brom auf die Brompyrogallolcarbonsäure beobachtet hat, gibt für die aus verdünntem Alkohol umkrystallisierte Substanz den Schmelzpunkt 180 bis 186° an und findet ein Mol Krystallwasser.

Ein von uns nach der Vorschrift von Hlasiwetz dargestelltes Tribrompyrogallol, welches aus Benzin umkrystallisiert wurde, zeigte genau den Schmelzpunkt, wie das von uns durch Entmethylierung des Nitrodibrompyrogalloltrimethyläthers (IV) gewonnene Produkt (168 bis 171° unter Zersetzung) und der Mischschmelzpunkt beider Präparate lieferte keine Depression. Den gleichen Schmelzpunkt, den wir beobachtet haben, finden übrigens auch Moore und Thomas[1].

Rosenmund und Kuhnhenn[2], die jüngst dem Tribrompyrogallol begegnet sind, geben den Schmelzpunkt 115° an. Diese Angabe ist jedenfalls auf einen Irrtum oder auf einen Druckfehler zurückzuführen.

Da die Entmethylierung des Äthers IV unter Bromabspaltung sich abgespielt hat, haben wir es nicht für überflüssig gehalten, den analog konstituierten Nitropyrogalloltrimethyläther (VI) (1, 2, 3-Trimethoxy-5-Nitrobenzol)



VI.

der Entmethylierung mit Bromwasserstoff und Eisessig zu unterwerfen.

Wir haben gefunden, daß der Nitropyrogalloltrimethyläther (VI) beim Kochen mit einem Gemisch von rauchender Bromwasserstoffsäure und Eisessig im Gegensatz zum Äther IV kein Brom abspaltet. Man kann nach beendigter Entmethylierung der Flüssigkeit das gebildete Nitropyrogallol durch Ausschütteln mit Äther entziehen.

Die Analysen der aus Wasser umkrystallisierten Substanz haben ergeben, daß sie ein halbes Mol Krystallwasser enthält, das beim Trocknen bei 100° entweicht. Die bei 100° gewichtskonstante Substanz hat die Zusammensetzung des Nitropyrogallols und schmilzt zwischen 194 bis 196° (unkorr.) unter Zersetzung.

Die Substanz ist jedenfalls identisch mit Barth's[3] Nitropyrogallol, denn das isomere Nitropyrogallol von Einhorn, Pfeiffer und Cobliner[4] schmilzt bei 162° und der entsprechende Methyläther bei 42° Barth hat ein Mol Krystallwasser und den Schmelzpunkt

---

1 Zentralblatt, 1917, II., 604.

2 Berliner Berichte, *56*, 1267.

3 Monatshefte, *1*, 882.

4 Berliner Berichte, *37*, 100.

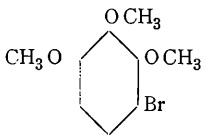
©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

205° gefunden. Es ist möglich, daß Barth den vollständig korrigierten Schmelzpunkt angegeben hat.

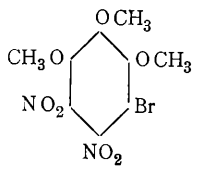
Während die direkte, vorsichtige Bromierung des Pyrogalloltrimethyläthers in Tetrachlorkohlenstofflösung, wie bereits erwähnt, zum Dibromderivat (III) führt, kann man bei Anwendung eines noch wesentlich milderen Bromierungsverfahrens, welches wir Rosenmund und Kuhnhenn[1] verdanken, doch zu einem Monobromderivat gelangen. Der nach der Rosenmund'schen Methode, welche auf der Verwendung des Chinolin-Sulfat-Dibromids als Bromierungsmittel beruht, darstellbare Monobrompyrogalloltrimethyläther destilliert ebenfalls unter Atmosphärendruck ziemlich unersetzt.

Da der Monobrompyrogalloltrimethyläther bei weiterem Bromieren mit einem Mol Brom in Tetrachlorkohlenstofflösung den Dibrompyrogalloltrimethyläther (III) liefert, muß derselbe das 1, 2, 3-Trimethoxy-4-Brombenzol (VII) sein.

Bei der Nitrierung mit rauchender Salpetersäure entsteht ein Dinitroderivat



VII.

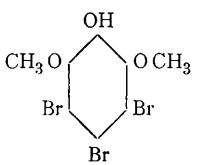


VIII.

das 1, 2, 3-Trimethoxy-4-Brom-5, 6-Dinitrobenzol (VIII).

Daß hier zwei Nitrogruppen in Orthostellung zueinander treten, findet einen Analogiefall auch in dem Verhalten von Will's Nitropyrogalloltrimethyläther (VI), welcher bei weiterer Nitrierung das 1, 2, 3-Trimethoxy-4, 5-Dinitrobenzol gibt.

Unterwirft man den symmetrischen Pyrogalloldimethyläther der Bromierung durch Übergießen mit überschüssigem Brom, erhält man das schön krystallisierende Tribromderivat,



IX.

das 1, 3-Dimethoxy-2-oxy-4, 5, 6-Tribrombenzol (IX).

Die Methylierung dieses Tribromderivates liefert den Tribrompyrogalloltrimethyläther von Will[2]. Im Schmelzpunkt zeigt sich auch hier eine Differenz, indem das so gewonnene Präparat bei 73 bis 74° schmilzt, während Will 81·5° angibt. Es hatte aber

---

[1] Berliner Berichte, *56*, 1264 und 2042 (1923).

Berliner Berichte, *21*, 607.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

schon vor einigen Jahren im hiesigen Laboratorium Herr S. Adler[1] diesen Äther nach der Vorschrift von Will dargestellt und ebenfalls den Schmelzpunkt 73 bis 74° gefunden. Auch wir haben den Tribrompyrogalloltrimethyläther nach Will's Vorschrift dargestellt, aus Alkohol umkrystallisiert und denselben Schmelzpunkt (73 bis 74°) gefunden. Der Mischschmelzpunkt von Will's Tribrompyrogalloltrimethyläther und unserem durch Methylierung des Äthers IX gewonnenen Präparat lieferte keine Depression.

Darstellung des Pyrogalloltrimethyläthers.

Den für diese Arbeit erforderlichen Pyrogalloltrimethyläther haben wir zuerst durch Methylieren des Pyrogallols mit Dimethylsulfats[2] in alkalischer Lösung nach der üblichen Methode dargestellt. Um den Einfluß des Luftsauerstoffes unschädlich zu machen, empfiehlt es sich — wie wir gefunden haben — die Methylierung in Gegenwart von einigen Grammen wirksamen Natriumhydrosulfits vorzunehmen. Die starke Oxydation wird verhindert, der gebildete rohe Pyrogalloltrimethyläther braucht nicht mit Äther aufgenommen zu werden. Es ist direkt nach dem Trocknen im Vakuum über Schwefelsäure destillierbar.

4, 6-Dibrompyrogalloltrimethyläther (III).

10 *g* Pyrogalloltrimethyläther (1 Mol) werden in einem Erlenmayer-Kolben in 10 *g* Tetrachlorkohlenstoff gelöst und eine Lösung von 6·3 cm^3 Brom (2 Mole) in dem gleichen Volum Tetrachlorkohlenstoff in kleinen Anteilen unter Kühlung zugefügt. Es tritt sofort starke Bromwasserstoffentwicklung ein. Wenn das Brom eingetragen ist, wird das Gemisch eine halbe Stunde sich selbst überlassen. Dann wird der Tetrachlorkohlenstoff auf dem Wasserbade abgedampft, das zurückgebliebene Öl mit Äther aufgenommen und die ätherische Lösung zum Zwecke der Entfernung des anhaftenden Bromwasserstoffes mit 10%iger Kalilauge und dann gut mit Wasser gewaschen. Nach dem Abdestillieren des Äthers wird das Öl über Chlorcalcium getrocknet und destilliert. Der Dibrompyrogalloltrimethyläther geht bei 748 *mm* Druck ziemlich unzersetzt zwischen 288 bis 298° und der weitaus größte Teil sogar von 294 bis 296° (unkorr.) über. Ausbeute 14·5 *g*.

Die Methoxylbestimmungen ergaben:

I.	0·1454 *g* Substanz lieferten	0·3329 *g* Ag J.
II.	0·1733 *g*	0·3974 *g* »
III.	0·1998 *g*	0·4568 *g*

Gef.: I. 30·29% CH_3O, II. 30·25% CH_3O, III. 30·20% CH_3O.
Ber. für $C_9H_{10}O_3Br_2$: 28·53% CH_3O.

---

[1] Zur Kenntnis der Bromsubstitutionsprodukte der Dioxybenzole, Dissertation Wien 1923.

[2] Vanino, Handbuch der präparativen Chemie, Bd. II, p. 397.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Wie diese Zahlen lehren, sind die Resultate etwas zu hoch ausgefallen. Wir halten es für wahrscheinlich, daß die Substanz mit etwas Monobrompyrogalloltrimethyläther verunreinigt ist. Für die weitere Verwendung zur Nitrierung hat sich jedoch das Präparat als völlig brauchbar erwiesen.

5-Nitro-4, 6-Dibrompyrogalloltrimethyläther (IV).

5 *g* Dibrompyrogalloltrimethyläther (III) werden in 10 cm^3 Eisessig gelöst und dann zu diesem Gemisch 10 cm^3 rauchende Salpetersäure unter Wasserkühlung vorsichtig zugegeben. Es tritt zuerst eine Dunkelfärbung ein; nachdem die Lösung sich aufgehellt hat, wird auf Eiswasser gegossen. Es fällt sofort ein gelber Niederschlag aus, der sich langsam absetzt. Man saugt ab und krystallisiert, da die Substanz in Alkohol sehr leicht löslich ist, aus wenig Alkohol um. Man erhält so schöne, glänzende, weißgelbliche Krystalle, welche vakuumtrocken bei 110° schmelzen.

Die Analysen ergaben:

I. 21·055 *mg* Substanz lieferten 22·295 *mg* CO_2 und 4·970 *mg* H_2O;
II. 20·580 *mg* 21·975 *mg* CO_2 » 4·800 *mg* H_2O;
III. 8·125 *mg* 0·309 cm^3 N bei $t = 18°$ und B 714 *mm* über 50%iger Kalilauge;
IV. 0·1874 *g* bei der Cariusbestimmung 0·1861 *g* AgBr;
V. 0·2628 *g* Methoxylbestimmung 0·5125 *g* AgJ.

Gef.: I. 28·98% C, 2·64% H; II. 29·12% C, 2·61% H; III. 4·19% N IV. 42·26% Br; V. 25·78% CH_3O.

Ber. für $C_9H_9O_5Br_2N$: 29·14% C, 2·44% H, 3·77% N, 43·09% Br, 25·08% CH_3O.

Herr Dr. Hlawatsch teilt über die Krystallform der Substanz mit:

Aus alkoholischer Lösung mit einem Zusatz von etwa der gleichen oder der halben Menge Wasser erhält man beim Abkühlen der warmen Lösung farblose,

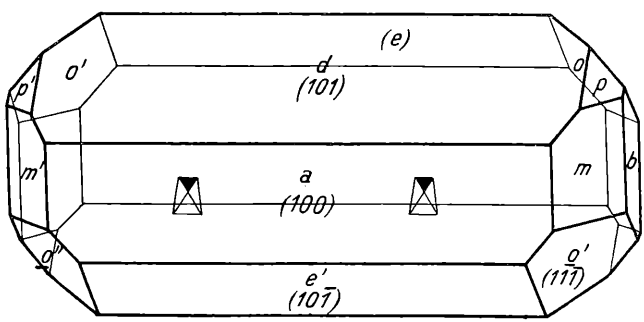


Fig. 1.
5-Nitro-4, 6-Dibrompyrogalloltrimethyläther.

skelettartig entwickelte, aus alkoholreicherer gut entwickelte, langprismatische Krystalle. Auslöschung parallel der Längsrichtung, Doppelbrechung ziemlich hoch. Auf der breitesten Fläche der skelettartigen Krystalle steht die optische Normale

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

ungefähr senkrecht, Bruckstückchen quer zur Längsrichtung zeigen eine sehr spitze, negative Bisektrix, ließen aber genauere Messungen nicht zu. Die Messungen ergaben die Zugehörigkeit zur monoklin-prismatischen Klasse bei Streckung nach der Orthodomenzone und großer Annäherung an rhombische Symmetrie. Ätzfiguren, die auf 100 mit etwas verdünnter, alkoholischer Mutterlauge erzeugt wurden und welche auf der Fig. 1 angedeutet sind, bestätigten jedoch die niedere Symmetrie.

Die Messungen, die in der folgenden Tabelle zusammengestellt sind, wurden an 6 skelettartigen und 2 normalen Krystallen bei Polarstellung nach der Orthodomenzone ausgeführt (daher ξ_0 und $90-\eta$ statt φ und ρ).

Bst.	Symb.	Anz.	gemessen ξ_0	gemessen $90-\eta$	gerechnet ξ_0	gerechnet $90-\eta$
a	100	15	90° 01′	90° —	90° —	90° —
b	010	5	∞	0 03′	∞	0 —
m	110	16	89 58·	28 52	90 —	28 50 10
d	101	15	31 50·3	89 59	31 51	90
e	$\bar{1}01$	14	31 34·8	90 —	31 35$^1/_3$	90 —
p	111	4	31 54	46 14·2	31 51	46 21 2
o	$\bar{1}11$	10	31 36·7	46 14·2	31 35$^1/_3$	46 16$^1/_2$

Gerechnete Winkel an den Kanten.

	.....64 58		*a* : *p*	.67 33·1
: *p*	.....65 08·2		*a o*	....67 45·4
: *p*	.....37 55·40		*d*	.....49 44·1
o	.....37 59$^1/_2$		*e* : *p*	....49 40·1

Achsenverhältnis: $a\ b\ c = 1{,}81668\ 1\ 1{,}12290$ $\beta = 90°\ 10'\ 47''$ ($p_0 = 0{,}61810$, $q_0 = c$.

Bezüglich der Flächenausbildung sei bemerkt, daß die skelettartigen Krystalle nach *a* abgeplattet waren, eine der beiden *o* Flächen war gewöhnlich wesentlich größer entwickelt als die andere, *d* wog gegen *e* etwas vor. Die aus alkoholreicherer Lösung erhaltenen Krystalle zeigten die Orthodomen ungefähr im Gleichgewichte, *o* wog gegen *p* vor oder letzteres fehlte. Ob Zwillinge vorlagen, konnte bei der großen Annäherung an rhombische Symmetrie nicht erkannt werden.

Einwirkung eines Bromwasserstoff-Eisessiggemisches auf den 5-Nitro-4, 6-Dibrompyrogalloltrimethyläther (IV).

In einem Kolben mit eingeschliffenem Kühler werden unter gelindem Erwärmen 5 *g* Nitrodibrompyrogalloltrimethyläther in 20 cm^3 Eisessig gelöst, mit rauchender Bromwasserstoffsäure (66%) bis zur beginnenden Trübung versetzt, sodann am Rückflußkühler zum Sieden erhitzt, wobei die Fällung wieder in Lösung geht. Man erhält $1^3/_4$ Stunden in lebhaftem Sieden und setzt während dieser Zeit noch etwas Bromwasserstoffsäure und Eisessig zu. Man beobachtet beim Kochen eine starke Bromabspaltung. Der klare Kolbeninhalt wird schließlich mit dem gleichen Volum Wasser verdünnt;

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

nach einiger Zeit, etwa 12 bis 24 Stunden, scheiden sich dunkel gefärbte Krystalle in Form von langen Nadeln aus. Der Niederschlag wird abgesaugt, im Vakuum getrocknet und das Rohprodukt (2·5 *g*) durch Umkrystallisieren aus Benzin gereinigt. Nach zweimaligem Umkrystallisieren erhält man diesen Körper analysenrein, in Form von schmutzigweißen Nadeln, die vakuumtrocken zwischen 168 bis 171° unter Zersetzung schmelzen. Umkrystallisieren aus Wasser ändert den Schmelzpunkt nicht. Die Analysen der aus Benzin umkrystallisierten, vakuumtrockenen Substanz ergaben:

I. 20·700 *mg* Substanz lieferten 15·220 *mg* CO_2 und 2·075 *mg* H_2O;
II. 21·975 *mg* » 16·380 *mg* CO_2 » 2·485 *mg* H_2O;
III. 0·1323 *g* » bei der Cariusbestimmung 0·2051 *g* AgBr.

Gef.: I. 20·05% C, 1·12% H; II. 20·33% C, 1·27% H; III. 65·97% Br.
Ber. für $C_6H_3O_3Br_3$: 19·84% C, 0·83% H; 66·09% Br.

Diese Analysenzahlen lehren, daß das Tribrompyrogallol vorliegt.

Ein nach Hlasiwetz'[1] Vorschrift dargestelltes, aus Benzin umkrystallisiertes Tribrompyrogallol zeigte den gleichen Schmelzpunkt 168 bis 171° unter Zersetzung. Der Mischschmelzpunkt beider Präparate lieferte keine Depression.

Darstellung des 5-Nitropyrogallols durch Entmethylierung des 5-Nitropyrogalloltrimethyläthers (VI).

5 *g* nach Will's[2] Angabe dargestellten Nitropyrogalloltrimethyläthers werden unter Erwärmung in 20 *g* Eisessig gelöst, mit Bromwasserstoffsäure (66%) bis zur beginnenden Fällung versetzt und in einem Einschliffkolben unter Rückflußkühlung erhitzt. Es werden noch 30 bis 35 *cm*³ Bromwasserstoff und Eisessig zugefügt. Nach $1^3/_4$-stündigem Kochen wird der Kolbeninhalt ins Wasser gegossen und mit Äther ausgeschüttelt. Nach dem Abdestillieren des Äthers bleibt ein fester, gelblicher Körper zurück, der beim Umkrystallisieren aus Wasser in grünlich-gelblichen Krystallen anschießt.

Die Krystallwasserbestimmung ergab:

0·216 *g* Substanz verloren bei 100°.—0·010 *g* H_2O.
Gef.: 4·63% H_2O.
Ber. für $C_6H_5O_5N + {}^1/_2$ Mol Krystallwasser: 5% H_2O.

Die Substanz enthält somit ein halbes Mol Krystallwasser.

Die Analysen der bei 100° getrockneten Substanz ergaben:

I. 0·1420 *g* Substanz lieferten 0·2189 *g* CO_2 und 0·0392 *g* H_2O;
II. 5·705 *mg* » » 0·427 *cm*³ N bei $t = 14°$ und B 706 *mm* über 50%iger Kalilauge;
III. 4·970 *mg* Substanz lieferten 0·387 *cm*³ N bei $t = 19°$ und B. 716 *mm* über 50%iger Kalilauge.

Gef.: I. 42·04% C, 3·09% H; II. 8·27% N; III. 8·58% N.
Ber. für $C_6H_5O_5N$: 42·10% C, 2·95% H, 8·18% N.

---

[1] A. a. O.
[2] Berichte, *21*, 607.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Der Schmelzpunkt der vakuumtrockenen Substanz ist 194 bis 196° (unkorr.) unter Zersetzung (Barth a. a. O. 205°).

Herr Dr. Hlawatsch teilt über die Krystallform des Nitropyrogallols mit:

Die mir zuerst übergebenen Krystalle waren braungelbe lange Prismen mit stumpfer domatischer Endung, später dargestelltes Material aus warmem (nicht kochendem) Wasser umkrystallisiert, gab dünne Nadeln, welche zumeist durch eine vorwaltende Schiefendfläche abgeschlossen waren. Die ersteren zeigten außerdem die Fläche *b* (010) ungefähr im Gleichgewichte mit den Prismen, während bei den letzteren das Pinakoid stark zurücktrat.

Die Auslöschung war innerhalb der Beobachtungsfehler parallel der Längsrichtung, Pleochroismus merklich, Strahlen senkrecht auf die Längsrichtung schwingend strohgelb, parallel derselben (α) gelblich weiß. Obwohl die Kopfflächen im allgemeinen schlecht ausgebildet waren, gestatteten die Prismen eine bessere Messung, in einem Falle waren die Reflexe so gut, daß durch den sehr spitzen Prismenwinkel die Brechungsexponenten nach der Prismenmethode gemessen werden konnten, und zwar war α für Na 1·4048, β (Halbierende des spitzen Prismenwinkels) 1·6499, die Substanz ist also wohl eine der stärkst doppelbrechenden, die bekannt sind. Dabei ist β sehr stark dispergiert, α schwach, für rot ergab sich α 1·3918, β 1·6380, für blau α 1·4189, β 1·7078. (Die vierte Stelle ist nicht mehr genau.) Für Na Licht und für rote Strahlen ist also $\beta - \alpha = 0·245$, für blau 0·289. Der Achsenwinkel (α ist spitze Bisektrix) scheint klein zu sein.

Die krystallographischen Messungen ergaben, wie gesagt, für die Kopfflächen keine guten Resultate, bei dem sehr stumpfen Domenwinkel blieb es ungewiß, ob zweierlei Domen oder einerlei, mit großen Schwankungen, vorhanden seien, die Rechnung wurde daher für beide Annahmen geführt.

Im ersteren Falle ist das Achsenverhältnis:

a b : *c* 0·39386 1 0·18003, $\beta = 96°\ 55^1/_2{}'$, im zweiten 0·39365 1 : 0·16145, $\beta = 96°\ 46'$.

Bst.	Symb.	Anz.			ρ		φ		ρ	
b	010	22	0	02	90	01	θ	0	90	—
m	110	44	68	38·7	90	00.	68	38·7	90	—
o	001	10	91	02	7°	46	I. 90° II. 90	— —	6° 6	$55^1/_2$ 46·2
q	011	17	28	16	11	19 7	34	00·6	12	15·2
I *k*	023	6	43	51·7	9	36	45	20·8	9	41·4
II *q*	011	23	32	00·5	10	46 7	36	19·5	11	19·9

I bedeutet die Zahlen für die erstere Annahme (zweierlei Domen), II diejenige für die zweite. Unter letzterer Annahme berechnen sich folgende Winkel zwischen den Flächen: *m c* = 83° 41·9, *m q* 80° $26^1/_2$, *m'''* : *q* 92 $54^1/_2$, während für *k* aus der ersten Annahme *m k* = 81 06.

Die Substanz war schon von Barth dargestellt und von V. v. Lang[1] gemessen worden. Lang hat sie als rhombisch angesehen und gibt leider nicht mehr an als das Achsenverhältnis *a* : *b c* = 2·842 1 : 0·493. Das würde einen Prismenwinkel *a* : *m* 70° 37 bedingen, der Domenwinkel wäre 001 : 011 9° $50^1/_2$. Die neuen Messungen ergeben mit Sicherheit die Zugehörigkeit zum monoklinen Systeme; ob eine andere Modifikation vorliegt oder ob die schlechte Beschaffenheit der Krystalle,

[1] Sitzungsber. W. Akad., 1880, II, *82*, 1038, Monatshefte für Chemie, *1*, 882, Chem. Kryst., IV, 81.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

vielleicht auch noch verbunden mit einem Druckfehler bei Lang ($a = 2$, 482, false 2·842) daran Schuld ist, kann mangels jeder Beschreibung bei den Lang'schen Messungen nicht entschieden werden. Nimmt man die hier gewählte Aufstellung ($a < b$), so ergeben sich bei Annahme eines Druckfehlers $c = 0 \cdot 19862$, $a = 0 \cdot 4029$ gegen 0·17347, beziehungsweise 0·35187. Der Winkel b m würde dann $68 \cdot 03^1/_2$, der Winkel $c : q$ 11° 14·1, was mit den neueren Messungen besser stimmt.

In Fig. 2 ist das perspektivische Bild der zuert dargestellten Krystalle, in Fig. 3 das Kopfbild der später erhaltenen wiedergegeben.

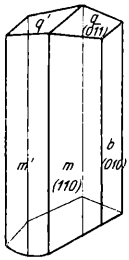


Fig. 2.

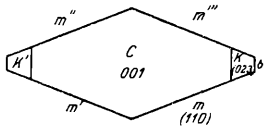


Fig. 3.

5-Nitropyrogallol.

4-Brompyrogalloltrimethyläther (VII).

Man mischt 6·5 *g* Chinolin, welche mit 10 cm^3 Eisessig verdünnt sind, mit einer Lösung von 5 *g* konzentrierter Schwefelsäure und 10 cm^3 Eisessig, kühlt in einer Kältemischung stark ab und läßt dazu in kleinen Anteilen eine Lösung von 2·7 cm^3 Brom in der gleichen Menge Eisessig zutropfen. Dieses gut gekühlte Gemisch, welches das Chinolin-Sulfat-Dibromid enthält, wird langsam in eine stark gekühlte Lösung von 8·4 *g* Pyrogalloltrimethyläther in 20 cm^3 Eisessig einfließen gelassen. Nachher gießt man in Wasser, wobei sich ein schweres Öl neben einer krystallinischen Substanz (Schmelzpunkt unscharf 105 bis 111°) ausscheidet. Die Abtrennung der Krystalle, welche in geringer Menge entstehen und vorläufig nicht untersucht worden sind, vom Öl wird in folgender Weise vorgenommen: Man gießt die über dem Öl befindliche, wässerige Lösung ab und verreibt das Öl, in welchem die Krystalle eingebettet sind, mit Eisessig, wobei der krystallinische Körper unlöslich zurückbleibt und durch Absaugen entfernt wird. Das Filtrat wird mit Wasser verdünnt, das wiederum ausgefallene Öl, wie auch die früher abgegossene, wässerige Flüssigkeit ausgeäthert; die vereinigten ätherischen Auszüge werden zuerst mit verdünnter Salzsäure, dann mit Wasser gewaschen. Der nach dem Verjagen des Äthers zurückgebliebene Rückstand wird über Chlorcalcium getrocknet und destilliert. Der Monobrompyrogalloltrimethyläther geht zwischen 260 bis 270° (unkorr.) über.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Im Destillierkolben bleibt meist bei der ersten Destillation eine kleine Menge des krystallisierten Nebenproduktes. Bei öfterer Fraktionierung erhält man den Monobrompyrogalloltrimethyläther als eine farblose, der Hauptmenge nach als zwischen 260 bis 266° übergehende Flüssigkeit.

Die Methoxylbestimmungen ergaben:

I. 0·2095 *g* Substanz lieferten 0·6194 *g* AgJ;
II. 0·1071 *g* 0·3208 *g* AgJ;
III. 0·1877 *g* 0·5603 *g* AgJ.

Gef.: I. 39·06% CH_3O; II. 39·57% CH_3O; III. 39·44% CH_3O.
Ber. für $C_9H_{11}O_3Br$: 37·65% CH_3O.

Auch hier ist offenbar — wie aus den Analysen hervorgeht — etwas Pyrogalloltrimethyläther beigemengt, was bei dem geringen Siedepunktsintervall der beiden Äther (ungefähr 30°) vollkommen erklärlich erscheint. Für die Nitrierung ist das Produkt vollständig geeignet.

Wie im theoretischen Teil bereits erwähnt, liefert dieser Monobrompyrogalloltrimethyläther bei der weiteren Bromierung in Tetrachlorkohlenstofflösung den 4, 6-Dibrompyrogalloltrimethyläther (III).

4-Brom-5, 6-Dinitropyrogalloltrimethyläther (VIII).

In 15 cm^3 rauchender Salpetersäure werden 5 *g* Monobrompyrogalloltrimethyläther unter Eiskühlung langsam eingetragen. Das Gemisch wird einige Minuten stehen gelassen und dann in ein Becherglas auf zerkleinerte Eisstücke gegossen. Es fällt ein gelber Niederschlag aus, der nach dem Absaugen (Rohprodukt 5 *g*) und Umkrystallisieren aus Alkohol in schönen, glänzenden, weißgelben Nadeln (rein 3·5 *g*) vom Schmelzpunkt 134 bis 135° ausfällt.

Die Analysen der vakuumtrockenen Substanz ergaben:

I. 0·2185 *g* Substanz lieferten 16·3 cm^3 N bei $t = 18°$ und B. 733 *mm*
II. 0·1730 *g* 12·7 cm^3 N » $t = 21°$ » B. 741 *mm*
III. 4·538 *mg* 0·324 cm^3 N » $t = 15°$ B. 723 *mm*
IV. 5·710 *mg* 0·397 cm^3 N » $t = 15°$ B. 735 *mm*
} über 50%iger Kalilauge
V. 0·1918 *g* bei der Cariusbestimmung 0·1056 *g* AgBr;
VI. 0·1947 *g* Methoxylbestimmung 0·4122 *g* AgJ;
VII. 0·2656 *g* » » » » » 0·5607 *g* AgJ.

Gef.: I. 8·44% N; II. 8·31% N; III. 8·05% N; IV. 7·97% N; V. 23·43% Br; VI. 27·97% CH_3O; VII. 27·89% CH_3O.
Ber. für $C_9H_9O_7N_2Br$: 8·31% N; 23·74% Br; 27·60% CH_3O.

4, 5, 6-Tribrom-1, 3-Pyrogalloldimethyläther (IX).

10 *g* 1, 3-Pyrogalloldimethyläther[1] werden in einer Porzellanschale mit überschüssigem Brom verrieben. Man nimmt 4 Mole,

[1] Den für die folgenden Versuche erforderlichen symmetrischen 1, 3-Pyrogalloldimethyläther haben wir in Form eines schön krystallisierten Präparates vom Verein für chemische Industrie in Frankfurt am Main bezogen.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

d. i. 12 cm^3 Brom. Es tritt sofort eine starke Bromwasserstoffentwicklung ein. Nachdem die Reaktion zu Ende ist, wird das überschüssige Brom auf dem Wasserbade verjagt und das feste Reaktionsprodukt aus Benzol unter Zusatz von sehr wenig Ligroin umkrystallisiert. Der Tribrompyrogalloldimethyläther fällt in prachtvollen, glänzenden, dicken Krystallen aus, welche nach dreimaligem Umkrystallisieren schneeweiß und analysenrein erhalten werden. Vakuumtrocken schmelzen sie bei 134°

Die Analysen ergaben:

I. 0·2031 *g* Substanz lieferten bei der Cariusbestimmung 0·2946 *g* AgBr;
II. 0·2333 *g* Methoxylbestimmung 0·2887 *g* AgJ;
III. 0·2019 *g* » » » » » 0·2479 *g* AgJ.

Gef.: I. 61·72% Br; II. 16·35% CH_3O; III. 16·22% CH_3O.
Ber. für $C_8H_7O_3Br_3$: 61·35% Br; 15·87% CH_3O.

Der Tribrompyrogalloldimethyläther liefert mit 10 bis 15%iger Kali- oder Natronlauge schön krystallisierende Kali- und Natronsalze.

Herr Dr. Hlawatsch teilt über die Krystallform des Tribrompyrogalloldimethyläthers folgendes mit:

Wasserhelle dicke Tafeln oder etwas abgeplattete Säulen mit gerader Auslöschung und scheinbar disymmetrischer Begrenzung. Im konvergenten Lichte aber erwiesen sie sich als nach der Orthodomenzone gestreckte und nach einer Fläche derselben tafelförmige, monokline Krystalle, die optische Achsenebene liegt ‖ *b*, durch

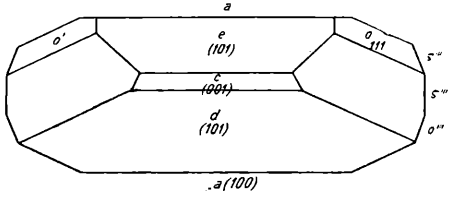


Fig. 4.
Tribrompyrogalloldimethyläther.

die Tafelfläche erblickt man ganz am Rande des Gesichtsfeldes eine optische Achse, durch eine der schmalen Abstumpfungen der Hauptorthodomen eine optische Achse und am Rande des Gesichtsfeldes eine Bisektrix (*a*?), die Doppelbrechung ist sehr stark. Aus der Normalendistanz dieser beiden berechnet sich ein Achsenwinkel von $2V = 48°$, mittels Krystallrefraktometer wurde $\alpha = 1·652$ gefunden, die Grenze für β war bereits jenseits derjenigen der verwendeten *Ba* Quecksilberjodlösung, anscheinend aber nicht weit von diesem entfernt, so daß zur Berechnung des Achsenwinkels der für letztere gültige Brechungsexponent 1·638 gewählt wurde.

Für die Messung wurden die Krystalle nach der Orthodomenzone polar gestellt, die beiden größten Flächen derselben als 101, beziehungsweise $\bar{1}01$ aufgefaßt, die schmäleren Abstumpfungen aber als die Pinakoide, wodurch die Annäherung an rhombische Symmetrie zum Ausdrucke kommt, die Endflächen erhielten dabei die Indices $o = (\bar{1}11)$; $s = (\bar{1}23)$ und, allerdings nur einmal beobachtet, r (121). Dabei ist s häufig größer entwickelt als o, im Zonenverbande spielt es eine bedeutende Rolle.

Es wurde darum für die Berechnung der topischen Parameter eine zweite Aufstellung (II) gewählt, wobei die Haupttafelfläche den Index (001), die zweite (100) wurde. Die Winkeltabelle, in welcher statt der Winkel φ und ρ die Hilfswinkel ξ_0 und $(90-\eta)$ erscheinen, ist aber für die erstere Aufstellung (I) berechnet.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Bst.	Symbol I.	Symbol II.	Anz.	gemessen ξ_0	gemessen $90-\eta$	berechnet φ	berechnet ρ	ξ_0	$90-\eta$
a	100	101	15	89 57	90 —	90 —	90	90	90
c	001	$\bar{1}01$	13	4 09.	89 59	90 —	4 12¾	4 12¾	90 —
d	101	001	15	60 34 8	89 59	90	60 34·9	60 34·9	90
e	$\bar{1}01$	100	16	— 58 24½	89 59½	— 90	58 24.	58 24	90
f	$\bar{1}03$	$\bar{2}01$	1	— 26 59	90 02	— 90	26 14.	26 14.	90
o	$\bar{1}11$	$\bar{1}10$	14	— 58 24	50 20 4	— 45 46	66 13¼	58 24.	50 19¾
s	$\bar{1}23$	$\bar{2}21$	16	— 26 14 9	46 32 8	— 25 02	49 21	26 14.	46 34·1
r	121	021	1	60 45	32 41	29 15	74 35	60 35	32 44.

Berechnete Kantenwinkel.

	.$\bar{1}$00	$\bar{1}$11	49	02	*s*	.101	$\bar{1}$23	51	12.
.....$\bar{1}$00		$\bar{1}$23	71	16	*s'*	..$\bar{1}$23	$\bar{1}\bar{2}$3	87	52
....100		121	61	53.	*d*	.....$\bar{1}$23		101	87	41.
.....001		$\bar{1}$11	69	16¼	*e*	.....$\bar{1}$23	$\bar{1}$01	52	04
.....$\bar{1}$11		$\bar{1}\bar{1}$1	79	20.	*s*	.....$\bar{1}$11	$\bar{1}$23	24	12

In Fig. 4 ist ein Kopfbild der Krystalle dargestellt.

Achsenverhältnisse I: $a : b : c = 0 \cdot 93398 : 1 : 1 \cdot 58326$, $p_0 = 1 \cdot 69515$, $q_0 = 1 \cdot 57896$, $\beta = 180^0 - \mu = 94^0\ 12^3/_4{}'$.

Achsenverhältnis II: $0 \cdot 94896 : 1 : 0 \cdot 88906$, $\beta = 118^0\ 59^1/_2{}'$, $\chi : \psi : \omega = 5 \cdot 8197 : 6 \cdot 1379 : 5 \cdot 4570$, $MV = 170 \cdot 515$, D (mit Schwebemethode bestimmt) $2 \cdot 2928$.

Schüttelt man die verdünnte, alkalische Lösung des Tribrompyrogalloldimethyläthers mit Benzoylchlorid, so fällt nach kurzer Zeit ein weißer Niederschlag aus, der nach dem Absaugen aus Alkohol umkrystallisiert in schönen weißen Nadeln, welche vakuumtrocken zwischen 130 bis 131° schmelzen, anschießt.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

I. 0·2684 *g* Substanz lieferten bei der Methoxylbestimmung 0·2492 *g* AgJ;
II. 0·2814 *g* 0·2681 *g* AgJ.

Gef.: I. 12·27% CH_3O; II. 12·59% CH_3O.
Ber. für $C_{15}H_{11}O_4Br_3$: 12·53% CH_3O.

Methylierung des 4,5,6-Tribrom-1,3-Pyrogalloldimethyläthers (IX).

Der Tribrompyrogalloldimethyläther wird in einer Stöpselflasche in 5%iger Kalilauge gelöst und dann Dimethylsulfat in kleinen Anteilen unter häufigem Schütteln zugesetzt. Nach einiger Zeit scheidet sich das Methylierungsprodukt aus, welches abgesaugt und gründlich mit Wasser gewaschen wird. Durch Umkrystallisieren aus Alkohol erhält man den Tribrompyrogalloltrimethyläther in schönen, weißen, dicken Prismen vom Schmelzpunkt 73 bis 74°

4, 5-Dibrompyrogallol-1, 3-Dimethyläther (I).

In einem Erlenmeyerkolben werden 10 *g* Pyrogalloldimethyläther in 10 *g* Tetrachlorkohlenstoff suspendiert und dazu aus einem Tropftrichter 7 cm^3 Brom (2 Mole) in der gleichen Menge Tetrachlorkohlenstoff zutropfen gelassen. Bei rascherem Zufließen des Broms läuft man Gefahr, ein Öl, welches nicht zur Krystallisation gebracht werden kann, zu erhalten. Es tritt sofort eine starke Bromwasserstoffentwicklung ein. Der Inhalt des Kolbens wird in eine Porzellanschale gegossen und der Tetrachlorkohlenstoff bei gewöhnlicher Temperatur abdunsten gelassen. Nach 12 bis 24 Stunden ist der Bromwasserstoff und Tetrachlorkohlenstoff verdampft und die Schale mit einer krystallinischen Masse, die stark verunreinigt ist, erfüllt. Nach viermaligem Umlösen dieses Rohproduktes aus Benzin erhält man denselben in weißen prismatischen Gebilden, die vakuumtrocken zwischen 75 bis 76° schmelzen.

Die Analysen ergaben:

I. 0·2021 *g* Substanz lieferten bei der Cariusbestimmung 0·2418 *g* AgBr;
II. 0·1987 *g* Methoxylbestimmung 0·3048 *g* AgJ;
III. 0·2171 *g* 0·3341 *g* AgJ.

Gef.: I. 50·92% Br; II. 20·26% CH_3O; III. 20·33% CH_3O.
Ber. für $C_8H_8O_3Br_2$: 51·23% Br, 19·88% CH_3O.

Der Dibrompyrogalloldimethyläther liefert ein in schönen, weißen Nadeln aus Alkohol krystallisierendes Benzoylderivat, welches vakuumtrocken zwischen 122 bis 123° schmilzt.

Die Methoxylbestimmungen ergaben:

I. 0·2690 *g* Substanz lieferten 0·3064 *g* AgJ;
II. 0·2744 *g* 0·3128 *g* AgJ.

Gef.: I. 15·05% CH_3O; II. 15·06% CH_3O.
Ber. für $C_{15}H_{12}O_4Br_2$: 14·91% CH_3O.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

Darstellung des 4, 5-Dibrompyrogalloltrimethyläthers (II) durch Methylierung des 4, 5-Dibrompyrogalloldimethyläthers (I).

Löst man in einer Stöpselflasche 10 *g* Dibrompyrogalloldimethyläther in 10%iger Kalilauge und setzt unter häufigem Schütteln Dimethylsulfat und Kalilauge bis zur alkalischen Reaktion zu, so scheidet sich nach einiger Zeit ein schweres Öl aus. Das Gemisch wird noch etwa eine halbe Stunde auf dem Wasserbade erhitzt und nach dem Erkalten mit Äther ausgeschüttelt. Nach dem Abdestillieren des Äthers und Trocknen über Chlorcalcium wird das Öl abdestilliert. Der Dibrompyrogalloltrimethyläther geht über zwischen 308 bis 313° bei 748 *mm* Druck (unkorr.).

I. 0·2155 *g* Substanz lieferten bei der Methoxylbestimmung 0·4617 *g* AgJ;
II. 0·1883 *g* » 0·4099 *g* AgJ.

Gef.: I. 28·31% CH_3O; II. 28·76% CH_3O.
Ber. für $C_9H_{10}O_3Br_2$: 28·53% CH_3O.

6-Nitro-4, 5-Dibrompyrogalloltrimethyläther (V).

5 *g* Dibrompyrogalloltrimethyläther (II) werden vorsichtig unter Kühlung in ein Gemisch von 10 cm^3 rauchender Salpetersäure und 10 cm^3 Eisessig eingetragen. Es entsteht eine Dunkelfärbung, welche unter starker Entwicklung von roten Dämpfen verschwindet. Die Lösung wird auf Eisstücke gegossen. Es fällt ein Öl aus, das nach einigem Stehen krystallinisch erstarrt. Der Niederschlag wird abgesaugt, aus Alkohol umkrystallisiert und so in der Form von dicken, weißgelblichen Nadeln vom Schmelzpunkt 84 bis 86° gewonnen.

Die Analysen ergaben:

I.	21·100 *mg* Substanz lieferten	22·500 *mg* CO_2	und 4·735 *mg* H_2O;		
II.	19·790 *mg*	21·320 *mg* CO_2	4·675 *mg* H_2O;		
III.	5·211 *mg*	5·63 *mg* CO_2	1 31 *mg* H_2O;		
IV.	4·061 *mg*	4·402 *mg* CO_2	1·08 *mg* H_2O;		
V.	6·850 *mg*	0·251 cm^3 N bei $t = 27°$	und B. 734 *mm*	über 50%iger Kalilauge	
VI.	6·260 *mg*	0·238 cm^3 N » $t = 26°$	B. 734 *mm*		
VII.	10·430 *mg*	0«387 cm^3 N » $t = 20°$	B. 720 *mm*		
VIII.	9·900 *mg*	0·382 cm^3 N » $t = 20°$	B. 720 *mm*		
IX.	6·774 *mg*	6·760 *mg* AgBr.			

Gef.: I. 29·09% C. 2·51% H; II. 29·39% C, 2·64% H; III. 29·47% C, 2·81% H; IV. 29·56% C, 2·98% H; V. 4·03% N; VI. 4·19% N; VII. 4·09% N; VIII. 4·25% N; IX. 42·47% Br.

Ber. für $C_9H_9O_5Br_2N$: 29·14% C, 2·44% H; 3·77% N; 43·09% Br.

Die Arbeit wird fortgesetzt.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: Sitzungsberichte der Akademie der Wissenschaften mathematisch-naturwissenschaftliche Klasse

Jahr/Year: 1925

Band/Volume: 134_2b

Autor(en)/Author(s): Kohn Moritz, Grün Sara

Artikel/Article: Brom- und Bromnitroäther des Pyrogallols. XII. Mitteilung über Bromphenole. 75-90