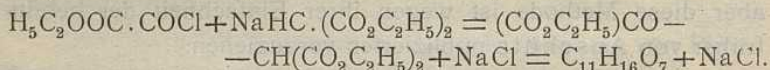


Aus diesen Analysenzahlen, welche die stattgehabte Bildung des erwarteten Ketoäthantricarbonsäureesters bestätigen, sowie aus der gleichzeitigen Abspaltung von NaCl ergibt sich folgende Reaktionsgleichung für den eingetretenen Vorgang



#### Verseifung des Esters.

26 g des Esters wurden mit 23 g KOH, welche in 500 g Alkohol gelöst waren, zusammengebracht und die Lösung in einem Rundkolben mit Rückflußkühler längere Zeit gekocht. Dabei setzte sich ein weißer Niederschlag ab, der möglicherweise das Kaliumsalz der freien Tricarbonsäure, vielleicht aber auch ein Esterkaliumsalz dieser Säure repräsentierte. Um in diesem Falle einer nur partiellen Verseifung vorzubeugen, wurde von dem Niederschlage abfiltriert, derselbe im Wasser gelöst und von neuem mit 6 g Kaliumhydroxyd in wässriger Lösung versetzt. Hierauf wurden beide Lösungen längere Zeit gekocht, der Alkohol der alkoholischen Lösung abdestilliert, der Rückstand mit der wässrigen Lösung vereint und mit der auf die Gesamtmenge Kali berechneten Menge Schwefelsäure versetzt. Die Flüssigkeit wurde hierauf fast bis zur Trockene eingedampft und der Rückstand in Alkohol extrahiert. Aus diesem kristallisierte der Körper sehr langsam und schlecht aus. Besondere Aufmerksamkeit ist hiebei eventuell anwesenden Spuren von Schwefelsäure zuzuwenden, da dieselben die ohnedies schwierige Kristallisation fast unmöglich machen. Eine Prüfung in dieser Richtung ist also unbedingt notwendig und es muß, falls diese positiv ausfällt, die anwesende Schwefelsäure durch einen Tropfen Barytwasser vorher niedergeschlagen werden. Sehr leicht kristallisiert dagegen der Körper aus Wasser im Vakuumexsikkator über Schwefelsäure aus, jedoch nicht wasserfrei, sondern, wie die Elementaranalyse ergab, mit zwei Molekülen Kristallwasser, welche er bereits unterhalb seines Schmelzpunktes abgibt. Der Schmelzpunkt selbst liegt ungefähr bei 99°, war jedoch trotz mehrfacher Versuche mit analysenreiner Substanz nicht genau festzuhalten, da der Körper sich bereits beim Schmelzen zu spalten beginnt.