

Bei einem Vorversuch wurde eine durch 19stündiges Erhitzen mit Jodkalium auf 150° gewonnene Probe vom Siedepunkt 130 bis 135° (12 mm) analysiert.

0·4178 g gaben 0·2166 g AgCl + AgJ und daraus durch Behandeln im Chlorstrom 0·1360 AgCl.

Gef. J 26·77, Cl 0·560/0; ber. f.  $C_7H_{11}O_4J$  J 44·37/0.

Das beigemengte jodfreie Produkt kann vielleicht Acetate des Propylenglykols enthalten.

Das rohe, bei 110 bis 130° siedende Jodhydrindiacetat wurde mit einem starken Überschuß ( $\frac{2}{3}$  seines Gewichtes) Silberoxyd und etwas Wasser vermischt, wobei eine ziemliche Erwärmung und ein ätherartiger Geruch auftrat, dann 3 Stunden am Wasserbad erhitzt. Hernach wurde mit Äther aufgenommen, filtriert, mit Chlorcalcium getrocknet und mehrmals bei 12 mm destilliert. Es wurden folgende Fraktionen erhalten: 116 bis 130° (25 g), 130 bis 140° (8 g), 140 bis 142° (19 g), 142 bis 150° (5 g).

Die Fraktion 116 bis 130° scheint bei neuerlicher Behandlung mit Silberoxyd keine erheblichen Mengen der bei 140 bis 142° siedenden Substanz mehr zu geben.

Die Fraktion 140 bis 142° war ein noch schwach halogenhaltiges Diacetin. Das daraus erhaltene Halogensilber war fast weiß und bestand sehr wahrscheinlich überwiegend aus Chlorsilber infolge eines kleinen Chlorgehaltes des Jodhydrindiacetates, der schwerer reagierte.

I. 0·2785 g gaben 0·4846 g  $CO_2$  und 0·1656 g  $H_2O$ .

II. 0·2969 g gaben 0·0052 g Halogensilber.

Eine unter Beimischung unreiner Fraktionen neuerdings mit Silberoxyd behandelte Probe gab folgende Zahlen:

III. 0·3438 g gaben 0·6030 g  $CO_2$  und 0·2031 g  $H_2O$ .

IV. 0·3390 g gaben 0·0047 g Halogensilber.

Gef. Cl I 47·44, H I 6·66, Cl II 0·43 oder J II 0·95, C III 47·83, H III 6·61, Cl IV 0·34, J IV 0·75, im Mittel C 47·63, H 6·63, Cl 0·39 (oder J 0·85/0); ber. f.  $C_7H_{12}O_5$  C 47·71, H 6·87, Halogen 0/0; für ein Gemisch von 97·86/0  $C_7H_{12}O_5$  und 2·14/0  $C_7H_{11}O_4Cl$  C 47·61, H 6·84, Cl 0·39/0; für ein Gemisch von 98·09  $C_7H_{12}O_5$  und 1·91/0  $C_7H_{11}O_4J$  C 47·35, H 6·81, J 0·85/0.

Durch neuerliches zwölfstündiges Behandeln der Fraktion 140 bis 142° mit feuchtem Silberoxyd am Wasserbad konnte sie annähernd halogenfrei erhalten werden, allerdings mit