tonischer Lösung β -Nitro-anethol¹⁾, das aus etwa 30 ccm siedendem Methylalkohol umkrystallisiert wird. Die Ausbeute des so gewonnenen analysenreinen β -Nitro-anethols vom Schmp. 48° beträgt 5.7 g. Nach Einengen der Mutterlauge erhält man noch etwa 0.5 g der Verbindung, die man durch Ausbreiten auf Ton von öligen Beimengungen befreit hat. Die Gesamtausbeute beträgt 64.3 % der Theorie.

0.1531 g Sbst.: 9.5 ccm N (18°, 760 mm).

$C_{10}H_{11}O_3N$. Ber. N 7.25. Gef. N 7.19.

Die Untersuchungen werden fortgesetzt.

Berlin, I. Chem.-Univers.-Laborat.

180. Erich Schmidt und Heinrich Fischer:

Zur Kenntnis des Tetranitro-methans, III. Mitteilung: Überführung tertiärer Amine in sekundäre Nitrosamine (I).

(Eingegangen am 12. Juli 1920.)

Wie in der voranstehenden Abhandlung gezeigt wurde, werden tertiäre Basen, wie z. B. *N*-Dimethyl-*p*-toluidin, durch Tetranitro-methan in der Kälte im aromatischen Kern nitrirt. Vollzieht sich aber die Einwirkung des Tetranitro-methans auf tertiäre Amine in der Wärme bei Anwesenheit von Pyridin²⁾, so wirkt die beim Zerfall von Tetranitro-methan freiwerdende Salpetersäure nicht oder nur wenig nitrifizierend. Vielmehr wird eine an den Stickstoff gebundene Alkylgruppe als Aldehyd abgespalten und durch die Nitrosogruppe im Sinne folgender Gleichung ersetzt:

Diese Methode, die es ermöglicht, tertiäre Amine in sekundäre Nitrosamine überzuführen, ist in Folgendem auf fettaromatische Amine angewandt worden. Die bisherige Untersuchung derselben ergab, daß die Bildung des Nitrosamins mittels Tetranitro-methans unabhängig ist vom Vorhandensein oder von der Stellung weiterer Substituenten am Benzolkern.

¹⁾ H. Wieland, A. 329, 263 [1903]; C. 1904, I 32. — O. Wallach und H. Müller, A. 332, 319 [1904]; C. 1904, II 651. — E. Knoevenagel und L. Walter, B. 37, 4508 [1905]. — J. Meisenheimer und L. Jochelson, A. 355, 296 [1907]; C. 1907, II 1625.

²⁾ Durch Pyridin wird die Bildung von Nebenprodukten bei der Reaktion möglichst vermieden.

Versuche.

Darstellung von Nitrosaminen.

Die unten beschriebenen Nitrosamine werden folgendermaßen gewonnen: Unter Verwendung eines Kolbens mit eingeschlifffenem Kühlrohr läßt man in eine auf dem Wasserbad siedende alkoholische Lösung von 1 Mol tertiärem Amin und 1.2—1.5 Mol Pyridin eine alkoholische Lösung von 1.1 Mol Tetranitro-methan langsam eintropfen. Nach Zugabe desselben wird das anfangs undurchsichtige, grünbraun gefärbte¹⁾ Reaktionsgemisch bis zum Verschwinden des Geruches nach Tetranitro-methan weiterhin bei Wasserbad-Temperatur zum Sieden erhitzt. Gegen Ende der Reaktion ist der Kolbeninhalt undurchsichtig rotbraun gefärbt. Bei Verwendung von etwa 10 g tertiärem Amin wird das Reaktionsgemisch in einen Scheidetrichter mit etwa 100 ccm Wasser gegossen, kräftig durchgeschüttelt und nach Zugabe von etwa 100 ccm gesättigter Kochsalzlösung ausgeäthert. Die ätherische Lösung wird hierauf nach vorherigem Zusatz von etwa 100 ccm gesättigter Kochsalzlösung und 2—3 g Kaliumcarbonat mit Wasserdampf behandelt. Es destilliert zunächst der Äther, darauf mit den Wasserdämpfen das Nitrosamin ab. Sobald kein Öl mehr übergeht, wird das Destillat nach Zugabe von festem Kochsalz zweimal ausgeäthert. Um geringe Mengen von Pyridin zu entfernen, werden die vereinigten ätherischen Auszüge mit etwas Wasser gewaschen, das zuvor mit einigen ccm verd. Schwefelsäure angesäuert wird. Die ätherische Lösung, über Kaliumcarbonat bzw. Natriumsulfat getrocknet, hinterläßt nach dem Abdestillieren des Äthers unter vermindertem Druck das Nitrosamin, dessen Reindarstellung unten beschrieben wird.

N-Methyl-phenyl-nitrosamin.

Nach dem Zutropfen von 17.8 g Tetranitro-methan in eine Lösung von 10 g *N*-Dimethyl-anilin und 8 g Pyridin in 50 ccm gew. Alkohol läßt man das Reaktionsgemisch noch etwa $\frac{1}{2}$ Stde. sieden. Im Vakuum bei 1—2 mm Druck destilliert, wird Methyl-phenyl-nitrosamin in einer Ausbeute von 7.2 g (= 64% der Theorie) erhalten, das mit dem aus *N*-Monomethyl-anilin und salpetriger Säure erhaltenen Nitrosamin²⁾ übereinstimmt. Nochmals destilliert, geht das Nitrosamin unter 1.7 mm Druck bei 86—87° (F. i. D., Ölbad-Temp. 105—110°) als hellgelbes, analysenreines Öl über.

¹⁾ Vgl. dieses Heft S. 1530, Anm. 3.

²⁾ P. Hepp, B. 10, 329 [1877]; E. Nölting und J. Boas Boasson, B. 10, 795 [1877]; F. Reverdin und Ch. de la Harpe, B. 22, 1006 [1889]; F. Ullmann, A. 327, 109 [1903].

0.1328 g Sbst.: 0.3011 g CO₂, 0.0721 g H₂O. — 0.1796 g Sbst.: 31.6 ccm N (18°, 773 mm).

C₇H₈ON₂. Ber. C 61.73, H 5.93, N 20.59.

Gef. » 61.84, » 6.08, » 20.75.

Bei der Wasserdampf-Destillation geht nach dem Abdestillieren des Nitrosamins als Nebenprodukt das *p*-Nitro-methyl-phenyl-nitrosamin¹⁾ über, das nach erstmaliger Vakuum-Destillation im Kolben als krystallisierender Rückstand hinterbleibt.

N-Äthyl-phenyl-nitrosamin.

Nach dem Zutropfen von 14.5 g Tetranitro-methan in eine Lösung von 10 g *N*-Diäthyl-anilin und 8 g Pyridin in 50 ccm gew. Alkohol läßt man das Reaktionsgemisch noch etwa 20 Min. sieden. Im Vakuum bei 1—2 mm Druck destilliert, wird Äthyl-phenyl-nitrosamin in einer Ausbeute von 4.0 g, entsprechend 40% der Theorie erhalten, das mit dem aus *N*-Monoäthyl-anilin und salpetriger Säure erhaltenen Nitrosamin²⁾ übereinstimmt. Nochmals destilliert, geht das Nitrosamin unter 1.9 mm Druck bei 96—97° (F. i. D., Ölbad-Temp. 120—125°) als goldgelbes, analysenreines Öl über.

0.1654 g Sbst.: 0.3871 g CO₂, 0.1017 g H₂O. — 0.1286 g Sbst.: 20.4 ccm N (15°, 760 mm).

C₈H₁₀ON₂. Ber. C 63.96, H 6.71, N 18.67.

Gef. » 63.83, » 6.88, » 18.60.

Als Nebenprodukt bildet sich das *p*-Nitro-äthyl-phenyl-nitrosamin³⁾. Vgl. die Darstellung des Methyl-phenyl-nitrosamins.

N-Methyl-*o*-tolyl-nitrosamin.

Nach dem Zutropfen von 16 g Tetranitro-methan in eine Lösung von 10 g *N*-Dimethyl-*o*-toluidin und 7 g Pyridin in 50 ccm gew. Alkohol läßt man das Reaktionsgemisch noch etwa 1 Stde. sieden.

Im Vakuum bei 1—2 mm Druck destilliert, wird Methyl-*o*-tolyl-nitrosamin in einer Ausbeute von 10 g (90% der Theorie) erhalten, das mit dem aus *N*-Monomethyl-*o*-toluidin und salpetriger Säure erhaltenen Nitrosamin⁴⁾ übereinstimmt. Nochmals destilliert, geht das Nitrosamin unter 1.5 mm Druck bei 89—90° (F. i. D., Ölbad-Temp. 110—115°) als citronengelbes, analysenreines Öl über.

¹⁾ R. Stoermer, B. 31, 2528 ff. [1898].

²⁾ P. Griess, B. 7, 218 [1874]; E. Fischer, B. 8, 1641 [1875]; J. U. Nef, A. 318, 140 [1901]; O. Schmidt, B. 36, 2477 [1903].

³⁾ R. Stoermer, B. 31, 2531 [1898].

⁴⁾ P. Monnet, F. Reverdin und E. Nölting, B. 11, 2278 [1878]; F. Ullmann, A. 327, 109 [1903].

0.1093 g Sbst.: 0.2561 g CO₂, 0.0668 g H₂O. — 0.1174 g Sbst.: 0.2754 g CO₂, 0.0717 g H₂O. — 0.1218 g Sbst.: 19.9 ccm N (16°, 746.8 mm).

C₈H₁₀ON₂. Ber. C 63.96, H 6.72, N 18.67.
Gef. » 63.90, 63.98, » 6.84, 6.83, » 18.74.

N-Äthyl-*o*-tolyl-nitrosamin.

Nach dem Zutropfen von 13.2 g Tetranitro-methan in eine Lösung von 10 g *N*-Diäthyl-*o*-toluidin und 7.3 g Pyridin in 50 ccm gew. Alkohol läßt man das Reaktionsgemisch noch etwa 40 Min. sieden. Im Vakuum bei 1—2 mm Druck destilliert, wird Äthyl-*o*-tolyl-nitrosamin in einer Ausbeute von 9 g (90% der Theorie) gewonnen, das mit dem aus *N*-Monoäthyl-*o*-toluidin und salpetriger Säure erhaltenen Nitrosamin¹⁾ übereinstimmt. Nochmals destilliert, geht das Nitrosamin unter 0.6 mm Druck bei 83—84° (F. i. D., Ölbad-Temp. etwa 105°) als hellgelbes, analysenreines Öl über.

0.1342 g Sbst.: 0.3243 g CO₂, 0.0880 g H₂O. — 0.1475 g Sbst.: 21.6 ccm N (17.5°, 756.6 mm). — 0.1594 g Sbst.: 23.6 ccm N (18°, 757.6 mm).

C₉H₁₂ON₂. Ber. C 65.81, H 7.37, N 17.07.
Gef. » 65.91, » 7.34, » 16.91, 17.09.

N-Methyl-*o*-chlorphenyl-nitrosamin.

Nach dem Zutropfen von 13.9 g Tetranitro-methan in eine Lösung von 10 g *N*-Dimethyl-*o*-chlor-anilin und 7.6 g Pyridin in 50 ccm gew. Alkohol läßt man das Reaktionsgemisch noch etwa 30 Min. sieden.

Im Vakuum bei 1—2 mm Druck destilliert, wird goldgelbes Methyl-*o*-chlorphenyl-nitrosamin in einer Ausbeute von 10.1 g (92% der Theorie) erhalten, das mit dem aus *N*-Monomethyl-*o*-chlor-anilin und salpetriger Säure erhaltenen Nitrosamin²⁾ übereinstimmt. Nochmals destilliert, geht das Nitrosamin unter 1.2 mm Druck bei 89° (F. i. D., Ölbad-Temp. etwa 112°) analysenrein über.

0.1250 g Sbst.: 0.2265 g CO₂, 0.0485 g H₂O. — 0.1474 g Sbst.: 21.1 ccm N (20°, 756 mm).

C₇H₇ON₂Cl. Ber. C 49.26, H 4.14, N 16.43.
Gef. » 49.42, » 4.34, » 16.35.

N-Methyl-*o*-anisyl-nitrosamin.

Nach dem Zutropfen von 14.3 g Tetranitro-methan in eine Lösung von 10 g *N*-Dimethyl-*o*-anisidin und 7.4 g Pyridin in 50 ccm gew. Alkohol läßt man das Reaktionsgemisch noch etwa 1 Stde. sieden.

¹⁾ L. M. Norton, Am. 7, 119 [1885]; C. 1886, 12.

²⁾ R. Stoermer, B. 31, 2531 [1898]; O. Fischer und P. Neber, B. 45, 1096 [1912].

Im Vakuum bei 1—2 mm destilliert, wird das Methyl-*o*-anisyl nitrosamin¹⁾ in einer Ausbeute von 4.8 g (44% d. Th.) erhalten. Nochmals destilliert, geht das Nitrosamin unter 1.1 mm Druck bei 112° (F. i. D., Ölbad-Temp. etwa 137°) als orangegelbes, analysenreines Öl über.

0.1526 g Sbst.: 0.3241 g CO₂, 0.0841 g H₂O. — 0.1351 g Sbst.: 19.5 ccm N (15.5°, 760 mm). — 0.1356 g Sbst.: 19.8 ccm N (17°, 756 mm).

C₈H₁₀O₂N₂. Ber. C 57.80, H 6.07, N 16.87.

Gef. » 57.92, » 6.17, » 16.90, 16.89.

Als Nebenprodukt bildet sich das in Äther schwer lösliche *p*-Nitro-*N*-methyl-*o*-anisyl-nitrosamin²⁾, CH₃.N(NO).C₆H₃.(OCH₃).NO₂.

N-Methyl-*m*-tolyl-nitrosamin.

Nach dem Zutropfen von 16 g Tetranitro-methan in eine Lösung von 10 g *N*-Dimethyl-*m*-toluidin und 8.8 g Pyridin in 50 ccm gew. Alkohol läßt man das Reaktionsgemisch noch etwa ½ Stde. sieden.

Im Vakuum bei 1—2 mm destilliert, wird das Methyl-*m*-tolyl-nitrosamin in einer Ausbeute von 5.4 g (49% d. Th.) erhalten. Nochmals destilliert, geht das Nitrosamin unter 1.0 mm Druck bei 89—90° (F. i. D., Ölbad-Temp. etwa 110°) als orangegelbes Öl analysenrein über.

0.1332 g Sbst.: 0.3115 g CO₂, 0.0824 g H₂O. — 0.1001 g Sbst.: 16.1 ccm N (20°, 762 mm).

C₈H₁₀ON₂. Ber. C 63.96, H 6.72, N 18.52.

Gef. » 63.78, » 6.92, » 18.67.

N-Methyl-*m*-chlorphenyl-nitrosamin.

Nach dem Zutropfen von 13.9 g Tetranitro-methan in eine Lösung von 10 g *N*-Dimethyl-*m*-chlor-anilin und 7.6 g Pyridin in 50 ccm gew. Alkohol läßt man das Reaktionsgemisch noch etwa 1 Stde. sieden.

Ist der Äther abdestilliert, so hinterbleibt Methyl-*m*-chlorphenyl-nitrosamin als ein hellbraunes Öl, das nach dem Erstarren in einer Eis-Kochsalz-Mischung durch Ausbreiten auf Ton von öligen Beimengungen befreit wird. Die Ausbeute an Rohprodukt beträgt 9.7 g, entsprechend 89% der Theorie.

Zum Umkrystallisieren des Nitrosamins verfährt man folgendermaßen: 9.7 g der Verbindung werden in 29 ccm warmem Methylalkohol gelöst. Nach Zugabe von Tierkohle läßt man die Lösung kurze Zeit sieden, die nach dem

¹⁾ O. Fischer, E. Hepp und Th. T. Best, A. 255, 177 [1889]; C. 1890, I 470.

²⁾ A. 255, 181 [1889].

Filterieren mit Eiswasser gekühlt wird. Beim Impfen der Lösung beginnt die Abscheidung des in schönen Blättchen krystallisierenden Nitrosamins, die durch Abkühlen mit einer Eis-Kochsalz-Mischung vervollständigt wird. Unter Verwendung eines mit Kältemischung beschickten Eistrichters werden die Krystalle abgesaugt, mit wenig gekühltem Methylalkohol nachgewaschen und getrocknet. Die so in einer Ausbeute von 5.6 g erhaltene, fast rein weiße Verbindung¹⁾ schmilzt bei 36—37°.

0.1513 g Sbst.: 21.5 ccm N (17°, 753 mm).

$C_7H_7ON_2Cl$. Ber. N 16.43. Gef. N 16.37.

Versetzt man die Mutterlauge mit 10 ccm Wasser, erwärmt bis zum Verschwinden der Ausscheidungen und krystallisiert, wie oben beschrieben, so erhält man noch etwa 1.8 g weniger reines Nitrosamin.

N-Methyl-*p*-tolyl-nitrosamin.

Nach dem Zutropfen von 16 g Tetranitro-methan in eine Lösung von 10 g *N*-Dimethyl-*p*-toluidin und 7 g Pyridin in 50 ccm gew. Alkohol ist die Reaktion gewöhnlich beendet. Die ätherischen Auszüge des Wasserdampf-Destillates hinterlassen nach dem Abdestillieren des Äthers ein Öl, das, sobald es in einer Eis-Kochsalz-Mischung erstarrt ist, durch Ausbreiten auf Ton von dem öligen, als Nebenprodukt entstehenden *m*-Nitro-*N*-dimethyl-*p*-toluidin²⁾ befreit wird. Das gelbe Rohprodukt beträgt 5 g, entsprechend 45% d. Th. Nach mehrmaligem Umkrystallisieren aus Gasolin schmilzt das *N*-Methyl-*p*-tolyl-nitrosamin³⁾ bei 52°.

0.1276 g Sbst.: 20.7 ccm N (17°, 751.8 mm).

$C_8H_{10}ON_2$. Ber. N 18.67. Gef. N 18.67.

N-Methyl-*p*-chlorphenyl-nitrosamin.

Nach dem Zutropfen von 6.9 g Tetranitro-methan in eine Lösung von 5 g *N*-Dimethyl-*p*-chlor-anilin und 3.8 g Pyridin in 25 ccm gew. Alkohol läßt man das Reaktionsgemisch noch etwa 30 Min. sieden.

Nach dem Abdestillieren des Äthers hinterbleibt Methyl-*p*-chlorphenyl-nitrosamin⁴⁾, das nach dem Erstarren in einer Eis-Kochsalz-Mischung durch Ausbreiten auf Ton von öligen Beimengungen befreit wird. Die Ausbeute an Rohprodukt beträgt 4.6 g, entspr. 84% d. Th. Nach etwa 3-maligem Umkrystallisieren aus Gasolin — 1 g aus etwa 7.5 ccm — schmilzt die Verbindung bei 51°.

¹⁾ R. Stoermer, B. 31, 2531 [1898]; O. Fischer und P. Neber, B. 45, 1097 ff. [1912].

²⁾ Vergl. dieses Heft S. 1530.

³⁾ A. L. Thomson, B. 10, 1584 [1877]; E. Bamberger und P. Wulz, B. 24, 2081 [1891]; J. Pinnow, B. 28, 3040 Anm. [1895].

⁴⁾ E. Koch, B. 20, 2460 [1887]; R. Stoermer, B. 31, 2532 [1898].

0.1428 g Sbst.: 0.2589 g CO₂, 0.0535 g H₂O. — 0.1192 g Sbst.: 17.0 ccm N (16°, 751.5 mm).

C₇H₇O N₃Cl. Ber. C 49.26, H 4.14, N 16.43.

Gef. » 49.45, » 4.19, » 16.47.

N-Äthyl-*p*-chlorphenyl-nitrosamin.

Nach dem Zutropfen von 11.8 g Tetranitro-methan in eine Lösung von 10 g Diäthyl *p*-chlor-anilin und 5.2 g Pyridin in 50 ccm gew. Alkohol läßt man das Reaktionsgemisch noch etwa 1 Stde. sieden. Nach dem Abdestillieren des Äthers hinterbleibt das Äthyl-*p*-chlorphenyl-nitrosamin, das nach dem Erstarren in Eiswasser durch Ausbreiten auf Ton von öligen Beimengungen befreit wird. Die Ausbeute an Rohprodukt beträgt 9.6 g (= 95.5% d. Th.).

Zum Umkrystallisieren des Nitrosamins verfährt man folgendermaßen: 5 g der Verbindung werden in etwa 15 ccm siedendem Petroläther gelöst. Nach dem Filtrieren scheiden sich aus der auf Zimmertemperatur) langsam abgekühlten Lösung weiße, verfilzte Nadelchen ab, die abgesaugt und mit etwas Petroläther gewaschen werden. Die reine Verbindung schmilzt bei 60–61°.

0.1441 g Sbst.: 0.2752 g CO₂, 0.0644 g H₂O. — 0.1501 g Sbst.: 20.2 ccm N (22°, 760 mm).

C₈H₉O N₃Cl. Ber. C 52.02, H 4.92, N 15.18

Gef. » 52.09, » 5.00, » 15.32.

Das als Ausgangsmaterial dienende

N-Diäthyl-*p*-chlor-anilin

ist von A. W. Hofmann²⁾ als ein mit Wasserdampf nicht flüchtiges Öl beschrieben worden, dessen Reindarstellung sich folgendermaßen gestaltet:

Nach 10-stündigem Erhitzen von 40 g bromwasserstoffsauerm *p*-Chlor-anilin mit 22 g (2.5 Mol) Äthylalkohol im Einschlußrohr auf 150°³⁾ wird die erhaltene Krystallmasse in Wasser gelöst, mit wenig Chlorwasserstoffsäure und etwas konz. Natriumnitrit Lösung unter Eiskühlung versetzt und in üblicher Weise von der Monoäthyl-Verbindung befreit⁴⁾. Das gebildete Nitrosamin wird ausgeäthert; die Diäthylbase, aus der wäßrigen Lösung durch Kalilauge gefällt, wird in Äther aufgenommen und über Kaliumcarbonat getrocknet.

¹⁾ Stärkeres Abkühlen der Lösung ist zu vermeiden, da hierdurch die Krystalle gefärbt erhalten werden.

²⁾ A. 74, 144 [1850].

³⁾ H. Reinhardt und W. Staedel, B. 16, 29 [1883].

⁴⁾ E. Fischer, A. 190, 151 [1877].

Nach dem Abdestillieren des Äthers hinterbleibt ein braunes Öl, das bis auf einen geringen Rückstand unter 1.5 mm Druck bei 95—96° (F. i. D., Ölbad-Temp. etwa 115°) siedet. Das alsbald erstarrte Destillat wird durch Ausbreiten auf Ton von geringen öligen Beimengungen befreit. Ausbeute an Rohprodukt 29 g, entspr. 80% der Theorie.

Zum Umkrystallisieren der gelb gefärbten Verbindung verfährt man folgendermaßen: 10 g. werden in 25 ccm heißem gew. Alkohol gelöst. Nach Zugabe von Tierkohle läßt man die Lösung kurze Zeit sieden. Aus der filtrierten, auf Zimmertemperatur langsam abgekühlten Lösung beginnt beim Impfen die Abscheidung des in Nadelchen krystallisierendenamins, die durch Eiskühlung vervollständigt wird. Die abgesaugte Verbindung wird mit wenig kaltem Alkohol gewaschen. Schmp. des reinen, weißen Diäthyl-*p*-chlor-anilins 39°.

0.1198 g Sbst.: 7.8 ccm N (16°, 772 mm).

$C_{10}H_{14}NCl$. Ber. N 7.63. Gef. N 7.73.

Aus der Mutterlauge erhält man durch Zusatz von Wasser noch etwas Amin.

N-Methyl-1.3.4-xylyl-nitrosamin, $(CH_3)_2^{1,3}C_6H_3[N(NO).CH_3]^4$.

Nach dem Zutropfen von 7.2 g Tetranitro-methan in eine Lösung von 5 g *N*-Dimethyl-1.3.4-xylidin und 3.2 g Pyridin in 25 ccm gew. Alkohol läßt man das Reaktionsgemisch noch etwa 1 Stde. sieden.

Im Vakuum bei 1—2 mm Druck destilliert, wird Methyl-1.3.4-xylyl-nitrosamin¹⁾ in einer Ausbeute von 4.5 g (81% d. Th.) erhalten. Nochmals destilliert, geht das Nitrosamin unter 1.3 mm Druck bei 101° (F. i. D., Ölbad-Temp. etwa 130°) als hellgelbes, analysenreines Öl über.

0.1291 g Sbst.: 0.3118 g CO_2 , 0.0836 g H_2O . — 0.1473 g Sbst.: 0.3565 g CO_2 , 0.0955 g H_2O . — 0.1538 g Sbst.: 22.3 ccm N (15°, 760 mm).

$C_9H_{12}ON_2$. Ber. C 65.81, H 7.37, N 17.07.

Gef. » 65.87, 66.01, » 7.25, 7.25, » 17.01.

Die Untersuchungen werden fortgesetzt.

Berlin, I. Chem. Univers.-Laborat.

¹⁾ J. Pinnow und P. R. Oesterreich, B. 31, 2930 [1898]; F. Ullmann, A. 327, 109 [1903].