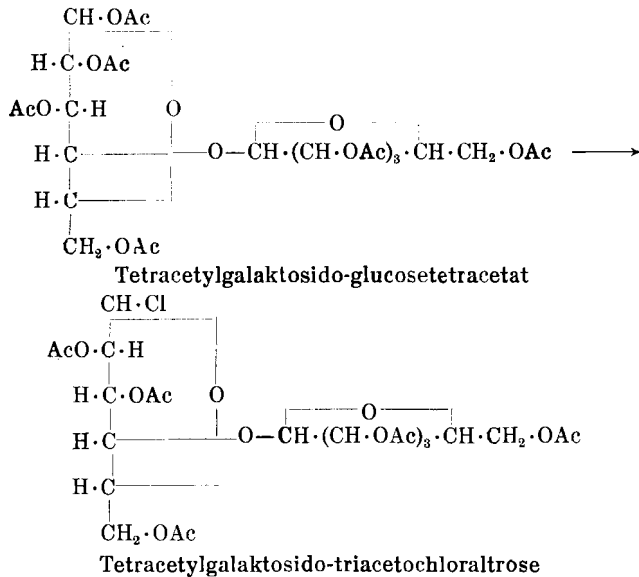


und Kunz¹²⁰⁾ bei der Chlorierung von Octacetyl-milchzucker in Chloroformlösung mittels Phosphorpentachlorid und Aluminiumchlorid neben dem erwarteten Acetochlormilchzucker einen anderen Körper, in dem zunächst eine neue Modifikation des Acetochlormilchzuckers erblickt wurde. Es zeigte sich nun¹²¹⁾, daß dieser Körper beim Austausch des Chlors gegen Acetyl Octaacetate gibt, die mit den entsprechenden Milchzuckerderivaten nicht mehr identisch sind und bei der Verseifung ein neues Disaccharid liefern; diese „Neolactose“ wurde als Galaktosidoaltrose erkannt. Es handelt sich also um eine sterische Umlagerung, die kaum



als Waldensche Umkehrung aufgefaßt werden kann, da sie an Asymmetriezentren stattfindet, die an der Reaktion nicht beteiligt sind. Die Neolactose entsteht auch bei der Einwirkung von Aluminiumchlorid allein auf Octacetylmilchzucker oder auch auf Acetochlormilchzucker; hier erfolgt die Konfigurationsänderung scheinbar ohne jede chemische Umsetzung. In ganz analoger Weise liefert Cellobioseacetat, das freilich mit dem Milchzuckeracetat strukturell völlig übereinstimmt, unter dem Einfluß von Aluminiumchlorid das Acetochlorid einer „Celtrobiose“, die noch nicht näher definiert worden ist¹²²⁾. Auffallenderweise gelang es aber nicht, unter denselben Bedingungen eine Umwandlung der Glucose nachzuweisen; es scheint also ein rätselhafter Einfluß des in die 4-Stellung eingeführten substituierenden Zuckerrestes zu bestehen. Die Tragweite dieser erstaunlichen Befunde kann in diesem Augenblicke noch nicht ermessen werden. [A. 209.]

Berichtigung.

In dem Anfang des vorstehenden Aufsatzes (Heft 39) muß es auf Seite 1146, rechte Spalte, Zeile 35 von oben statt α -Methylglykosid richtig heißen α -Methyllyxosid.

Analytisch-technische Untersuchungen.

Die Bestimmung des Anthracens nach der Rütgersmethode.

Von Dr. J. SIELISCH, Berlin.
(Eingeg. 27. August 1926.)

1. Mitteilung.

Als natürliche Folge der Bedeutung, die in der zweiten Hälfte des vorigen Jahrhunderts das Anthra-

chinon und somit das Anthracen in der Entwicklung der Farbstoffchemie gewann, erwuchs die Notwendigkeit, das Anthracen im Rohanthracen, das den Farbstofffabriken von den Erzeugern zugeführt wurde, mit möglicher Genauigkeit zu bestimmen. Anfangs suchte man das Anthracen auf Grund seiner geringeren Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln von seinen Begleitstoffen zu trennen und so zu bestimmen, doch waren die Ergebnisse wenig zufriedenstellend. Die Bestimmung des Anthracens, wie sie heute allgemein erfolgt, geht auf die Untersuchungen von Luck zurück.

Im Jahre 1873 veröffentlichte Luck¹⁾ die erste Fassung seiner Bestimmungsmethode, nach der das Anthracen mit Chromsäure in Eisessiglösung zu Anthrachinon oxydiert und als solches gewogen wird. Dieser große Fortschritt führte zur sofortigen Aufnahme in die Praxis. Auf die dann folgenden Einwendungen von Versmann²⁾, daß die Werte durch unvollständige Oxydation der Begleitstoffe leicht zu hoch ausfallen, erwidert Luck³⁾, daß dies bei ausreichender Oxydation nicht zutrifft, doch erweitert er sein Verfahren dahin, daß das Anthrachinon noch mit alkalischem Permanganat nachbehandelt wird, wobei vollständige Oxydation der Begleitstoffe einträte. Schließlich ging er noch einen Schritt weiter und unterwarf das Oxydationsprodukt zur Entfernung der Begleitstoffe der Behandlung mit rauchender Schwefelsäure, der das Anthrachinon widersteht, und schuf so die Luck'sche Methode⁴⁾ der Anthracenbestimmung oder, wie sie auch benannt wird, die Höchster Anthracenprobe. Diese Methode setzte sich in der Praxis zu einer Standardmethode durch, und spätere Vorschläge von Basset⁵⁾, das Anthrachinon mit Salpetersäure nachzubehandeln, blieben unberücksichtigt. Die Höchster Probe kann im nächsten Jahre auf ihre 50 jährige Wirksamkeit zurückblicken und hat unzweifelhaft in dieser Zeit sowohl der Technik wie der Wissenschaft unschätzbare Dienste geleistet. Für keinen anderen Kohlenwasserstoff ist ein Verfahren mit einer derartigen Genauigkeit bekannt geworden.

Immerhin bleibt nach Post⁶⁾ die Höchster Anthracenprobe „stets eine delikate Operation“. Auch sie hat ihre Mängel. Ihre Ausführungsform im einzelnen muß als bekannt vorausgesetzt werden; das zugrunde liegende Prinzip ist folgendes: Das Anthracen wird mit Chromsäurelösung oxydiert, die dann noch vorhandenen Begleitstoffe werden mit rauchender Schwefelsäure sulfuriert, das Anthrachinon wird mit Wasser gefällt, herausgearbeitet, gewogen und dann fortsublimiert, um den Aschegehalt berücksichtigen zu können.

Als besonderer Nachteil, der heute mehr denn je ins Gewicht fällt und das Verfahren kostspielig gestaltet, muß die lange Arbeitszeit, sie beträgt drei Tage, hervorgehoben werden. Die Genauigkeit erleidet eine Einbuße dadurch, daß unter den Bedingungen der Methode das Anthrachinon eine nicht unbeträchtliche Überoxydation erleidet, wodurch der Gehalt zu gering gefunden wird. Ein weiterer Nachteil ist, daß das Anthrachinon im Laufe der Bestimmung keiner Filtration unterworfen werden kann, wodurch Verunreinigungen, Staub, Asche usw. dem Anthrachinon beige-

¹⁾ Z. anal. Ch. 12, 347; B. 6, 1347 [1873].

²⁾ Chem. News 30, 203 ff.; Jahresb. 1874, 1014.

³⁾ Z. anal. Ch. 13, 251; Jahresb. 1874, 1014.

⁴⁾ Z. anal. Ch. 16, 61 [1877].

⁵⁾ Chem. News 71, 202; 73, 178; B. 28. R. 938; 29. R. 1165.

⁶⁾ Post's Chem. Techn. Analyse II, 1074 (3. Aufl.).

¹²⁰⁾ Hudson u. Kunz, Am. Soc. 47, 2052 [1925].

¹²¹⁾ Kunz u. Hudson, Am. Soc. 48, 1978 [1926].

¹²²⁾ Hudson, Am. Soc. 48, 2002 [1926].