

121. Lassar-Cohn: Zur Kenntniss der Cholalsäure und der Dehydrocholsäure.

(Eingegangen am 2. März.)

Die Kenntniss der Constitution der Cholalsäure liegt, obgleich die Säure selbst aus der Rindergalle nach dem vorzüglichen Verfahren von Mylius¹⁾, das übrigens, wie wir weiterhin sehen werden, hinsichtlich seiner Ausbeute noch leicht verbessert werden kann, bequem in grösseren Quantitäten zugänglich geworden ist, immer noch in den Anfangsstadien, weil diejenigen Producte, welche man ohne allzu tiefe Eingriffe aus ihr zu erhalten vermochte, zumeist nicht zum Krystallisiren zu bringen gewessen sind.

Eine Ausnahme davon macht bekanntlich fast nur die Dehydrocholsäure Hammarsten's²⁾. Die Ergebnisse der Analysen dieser Verbindung — den Grund dafür werden wir ebenfalls später kennen lernen — haben ihn veranlasst, diesem Oxydationsproduct einen zu hohen Kohlenstoffgehalt zuzuschreiben und ihm die Formel $C_{25}H_{36}O_5$ zu geben. Damit war der alte Streit wieder aufgefrischt, ob der Cholalsäure selbst die besonders von Mulder vertheidigte Formel $C_{25}H_{40}O_5$ oder die Strecker'sche $C_{24}H_{40}O_5$ zukomme. Einige Jahre später zeigte dann Mylius³⁾ dass, wenn die Analysen der auch von ihm dargestellten Dehydrocholsäure die Frage wegen der 24 oder 25 Kohlenstoffatome nicht zu entscheiden vermöchten, dennoch das aus der Dehydrocholsäure von ihm gewonnene Trialdoxim sicher auf einen Gehalt von nur 24 Kohlenstoffatomen hinweise, was nach den weiterhin mitzutheilenden Ergebnissen der Analysen von völlig reiner Dehydrocholsäure nun nicht mehr wird angezweifelt werden können. In etwas ausführlicher Form soll über die Versuche in der Zeitschrift für physiologische Chemie berichtet werden.

Schmelzen der Cholalsäure mit Kaliumhydroxyd.

Die Cholalsäure mischt sich so schwer mit schmelzendem Kaliumhydroxyd, dass man besser thut, cholalsaures Kalium in Anwendung zu bringen. Dabei zeigt sie sich von ausserordentlicher Beständigkeit. Im Anilindampf sowohl als im Naphtalindampf (218°) bleibt sie ganz unverändert. Die Schmelzen wurden in einem vergrösserten Reagenzglas (3 cm Durchmesser und 30 cm Länge), das in einem noch weiteren steckte, ausgeführt. Man kann in diesem 100 g Schmelze sehr wohl auf einmal verarbeiten und die Vorgänge genau beobachten.

¹⁾ Diese Berichte XII, 263.

²⁾ Diese Berichte XIV, 71.

³⁾ Diese Berichte XIX, 2007. §

Das Glas bleibt dabei völlig unangegriffen. Erst als Bezoësäureamylester als Heizflüssigkeit diente, trat bei dessen Siedetemperatur (245°) Einwirkung ein. Nach kurzer Zeit trennt sich die Schmelze in zwei Schichten, von denen die obere schwach gelb gefärbte leicht abgehoben werden kann.

Löst man sie in Wasser, so fällt auf Salzsäurezusatz eine Säure aus, die nun nicht mehr Cholalsäure ist, sich nicht mehr mit einer Lösung von Jod in Jodkalium blau färbt. Es gelingt jedoch in keiner Weise sie zum Krystallisiren zu bringen.

Um Aufschluss über ihre Zusammensetzung zu bekommen, wurde die Schmelze in wenig Wasser gelöst, dann viel absoluter Alkohol zugesetzt und durch Einleiten von Kohlensäure das überschüssige Kaliumhydroxyd als kohlensaures Salz gefällt und abfiltrirt. Das Filtrat wurde fractionirt mit je 3 g Baryumacetat versetzt. Es wurden 4 g Niederschläge erhalten und die dann noch in Lösung befindliche Säure direct ausgefällt.

Aus den Baryumsalzen wurden die Säuren wieder in Freiheit gesetzt und in Aether gelöst. Diese Lösungen wurden mit Calciumchlorid entwässert, hernach der Aether verdunstet und die Rückstände bis zur Gewichtsconstanz getrocknet.

Die 5 Elementaranalysen ergaben:

1. 0.2179 g Substanz gaben 0.5770 Kohlensäure und 0.1870 Wasser.
2. 0.2411 g Substanz gaben 0.6246 Kohlensäure und 0.2073 Wasser.
3. 0.2373 g Substanz gaben 0.6422 Kohlensäure und 0.2073 Wasser.
4. 0.2137 g Substanz gaben 0.5777 Kohlensäure und 0.1867 Wasser.
5. 0.2226 g Substanz gaben 0.5817 Kohlensäure und 0.1937 Wasser.

Daraus berechnet sich ein Procentgehalt an:

C	72.22	73.10	74.12	73.64	71.28
H	9.55	9.55	9.71	9.73	9.69

Sieht man die mittelste Portion als die reinste an, so stimmt sie, wenn man die Bedingung in Betracht zieht, unter der sie erhalten ist, recht gut auf die Formel: $C_{19}H_{30}O_3$.

	Ber. für $C_{19}H_{30}O_3$	Gefunden
C	74.51	74.12 pCt.
H	9.80	9.71 „

Seiner Zeit hat schon Gorup Besanez¹⁾ gezeigt, dass bei diesem Schmelzprocess sich Essigsäure und Propionsäure bilden, und so wird der Verlauf der Schmelze nach folgender Gleichung vor sich gehen:



Auch die Behandlung der Cholalsäure mit Phosphorpentachlorid, welches auf die mit Chloroform übergossene Säure wirken gelassen

¹⁾ Ann. Chem. Pharm. 157, 285.

wurde, führt nicht zu krystallisirten Producten. Die Analyse des gechlorten möglichst gereinigten Körpers ergab C = 52.6 pCt., H = 5.6 pCt., Cl = 33.6 pCt., wonach für Sauerstoff 8.2 pCt. bleiben, was als Stütze für das Vorhandensein einer Carboxylgruppe dienen kann, da doch die Sauerstoffatome der Hydroxyl-, Aldehyd- und Ketongruppen hätten durch Chlor ersetzt werden müssen.

Dehydrocholsäure.

Dieselbe wurde zuerst bei Versuchen, die Cholsäure mit Brom zu oxydiren, erhalten. Löst man Cholsäure in Eisessig, giesst in Wasser, um sie in feiner Vertheilung zu haben, und fügt dann Brom zu, so trübt sich die Flüssigkeit, während ein Theil der Cholsäure sich zusammenballt. Aus der trüben Flüssigkeit fallen bald Krystalle der Dehydrocholsäure. Für weitere Versuche wurde diese dann nach dem weit bequemerem Verfahren von Hammarsten¹⁾ dargestellt, für das ein besseres aufzufinden nicht gelungen ist. Wasserstoffsperoxyd und Ferricyankalium sind ohne jede Wirkung auf die Cholsäure, von salpetriger Säure wird sie in ein Harz verwandelt und so fort.

Die mittelst Brom erhaltene Säure ist natürlich vollkommen löslich in Alkali. Zu ihrer Reinigung wurde sie oftmals aus Alkohol umkrystallisirt und dann analysirt. Ihr Schmelzpunkt war 222°.

0.2306 g Substanz gaben 0.6122 g Kohlensäure und 0.1825 g Wasser.

0.2204 g Substanz gaben 0.5856 g Kohlensäure und 0.1762 g Wasser.

Berechnet für Dehydrocholsäure von der Formel C ₂₄ H ₃₄ O ₅		Gefunden	
C	71.64	72.36	72.42 pCt.
H	8.45	8.81	8.90 »

Wie bei den Analysen Hammarsten's²⁾ lässt die Uebereinstimmung mit den theoretisch sich für die Formel C₂₄H₃₄O₅ berechnenden Zahlen sehr zu wünschen übrig.

Bei der Suche nach der Ursache hierfür zeigte sich dann, dass die Säure sich beim Umkrystallisiren aus Alkohol geändert haben musste, sie war nämlich nicht mehr völlig alkalilöslich. Nun wurden absichtlich grössere Mengen häufig aus Alkohol umkrystallisirt und schliesslich mit einer Lösung von Natriumcarbonat extrahirt. Das Zurückgebliebene zeigte nach mehrmaligem Umkrystallisiren den sich nicht mehr ändernden Schmelzpunkt 221°, und dessen Analyse lehrte, dass Dehydrocholsäureäthylester vorlag.

¹⁾ Diese Berichte XIV, 71.

²⁾ Diese Berichte XIV, 72.

0.2018 g Substanz gaben 0.5397 g Kohlensäure und 0.1649 g Wasser.

Ber. für $C_{24}H_{33}O_5 \cdot C_2H_5$		Gefunden
C	72.56	72.60 pCt.
H	8.84	9.07 »

Nachdem dies erkannt war, wurde völlig alkalilösliche Dehydrocholsäure aus Aceton, das dafür sehr geeignet ist, umkrystallisirt. Zur Analyse diente speciell ein Präparat, das aus einem Gemisch von Aceton und Benzol erhalten war. Die Analyse ergab, dass unter dieser Bedingung die Dehydrocholsäure mit $\frac{1}{2}$ Mol. Krystallbenzol sich ausscheidet.

0.2218 g Substanz gaben 0.5959 g Kohlensäure und 0.1691 Wasser.

0.7135 g Substanz verloren beim Trocknen bis zur Gewichtsconstanz 0.0635 g.

Berechnet für $C_{24}H_{34}O_5 + \frac{1}{2}C_6H_6$		Gefunden
C	73.47	73.27 pCt.
H	8.39	8.49 »
$\frac{1}{2}C_6H_6$	8.84	8.89 »

0.2128 g Substanz bei 110° getrocknet ergaben 0.5714 g Kohlensäure und 0.1663 g Wasser.

Ber. für $C_{24}H_{34}O_5$		Gefunden
C	71.64	71.41 pCt.
H	8.45	8.48 »

Die mit Benzol krystallisirte Säure schmilzt bei 239° , sie schmeckt ausserordentlich bitter.

Von dieser so gereinigten Säure wurde wiederum ein Theil längere Zeit mit Alkohol gekocht und dann zur Trockne gedampft. Das nach der Extraction mit Natriumcarbonatlösung Hinterbliebene ergab bei der Analyse:

0.1922 g Substanz gaben 0.5108 g Kohlensäure und 0.1540 g Wasser.

Ber. für $C_{24}H_{33}O_5 \cdot C_2H_5$		Gefunden
C	72.56	72.47 pCt.
H	8.84	8.90 »

Aus diesen ausführlichen Daten folgt mit Sicherheit, dass die Dehydrocholsäure sich bereits beim Umkrystallisiren aus Alkohol theilweise verestert, und dass die Formel der Dehydrocholsäure $C_{24}H_{34}O_5$ ist. Damit ist dann endgültig die Frage nach der Formel der Cholsäure selbst erledigt, sie kann nur $C_{24}H_{40}O_5$ sein.

Verarbeitung der Mutterlaugen der Cholsäure.

Die reichlichen Mutterlaugen, welche man erhält, wenn man die rohe Cholsäure zu ihrer völligen Reinigung aus absolutem Alkohol

häufiger umkrystallisirt, sollen nach Mylius ihren Grund vielleicht darin haben, dass eine isomere Säure in ihnen gelöst bleibt. Es lag nahe, bei der ausgezeichneten Krystallisationsfähigkeit der Dehydrocholsäure die Mutterlaugen direct auf diese zu verarbeiten, um so ihren Gehalt an Cholsäure nutzbar zu machen. Zu diesem Zweck wurde ein Theil, der nach zweijährigem Stehen nichts mehr ausschied, auf dem Wasserbade von den letzten Resten Alkohol befreit, dann in dem ca. neunfachen Quantum Eisessig gelöst und ganz wie die Cholsäure mit einer 10procentigen Lösung von Chromsäure in Eisessig oxydirt. 20 g der eingetrockneten Mutterlauge branchten je 160 ccm der Chromsäurelösung; 20 g Cholsäure würden 180 ccm verbraucht haben, folglich entspricht der Gehalt der trockenen Mutterlauge ungefähr 90 pCt. Cholsäure.

Giesst man die Eisessiglösung des Oxydationsproducts schliesslich in viel Wasser, so fällt auch hier ein krystallisirter Niederschlag, ganz wie wenn man von der Cholsäure ausgegangen wäre, nur ist dieser Niederschlag im Gegensatz zur Dehydrocholsäure in Alkalien unlöslich. Er wurde so lange aus Alkohol und Essigäther umkrystallisirt, bis die Krystalle und der Mutterlaugenrückstand den gleichen Schmelzpunkt 221° zeigten.

0.2004 g Substanz gaben 0.5340 g Kohlensäure und 0.1618 g Wasser.

	Ber. für $C_{24}H_{33}O_5$	Gefunden
C	72.56	72.60 pCt.
H	8.84	8.98 »

Spaltet man das Oxydationsproduct — diesen Ester — durch Kochen mit Natronlauge, so erhält man durch Ausfällen mit Salzsäure die gesuchte Dehydrocholsäure.

Aus dem Mitgetheilten geht hervor, dass also auch die Cholsäure die Eigenschaft hat, schon allein beim Kochen mit Alkohol sich zu esterificiren, und da dieser Ester nur sehr schwer krystallisirt, der so veränderte Antheil in den Mutterlaugen scheinbar verschwindet.

Nach diesen Erfahrungen lag es nahe zu sehen, wie sich die rohe Cholsäure, wie man sie leicht aus der Galle nach dem Mylius'schen Verfahren erhält, bei dieser Art der Behandlung verhalten würde. Zu dem Zwecke wurde die aus einem Liter Galle erhaltene harzige Säure in Eisessig gelöst und in angegebener Art oxydirt. Die beim Eingiessen in Wasser erhaltenen bald ausfallenden Krystalle wurden aus Aceton umkrystallisirt. Sie erwiesen sich als fast reine Dehydrocholsäure.

Die erste Ausscheidung ergab 9 g vom Schmelzpunkt 228°, die zweite weniger reine wog 5 g. Man kann auf diese Art rascher reine Dehydrocholsäure als Cholsäure aus der Galle erhalten.

Dehydrocholsäure und Phosphorpentachlorid.

Dehydrocholsäure wurde mit Chloroform übergossen und in Rücksicht auf ihren wahrscheinlichen Gehalt an 2 Aldehyd-, einer Keton- und einer Carboxylgruppe der Einwirkung von reichlich 4 Molekülen Phosphorpentachlorid ausgesetzt. Nachdem sich alles schon in der Kälte gelöst hatte, wurde in Wasser gegossen und nach reichlichem Waschen mit diesem die Chloroformlösung auf dem Wasserbade eingedunstet.

Der Rückstand ward, nachdem er durch starke alkoholische Natronlauge in Lösung gebracht war, um möglichst viel Chlor sogleich wieder durch Wasserstoff zu ersetzen, mit Zinkstaub längere Zeit am Rückflusskühler gekocht. Nachdem alsdann durch eingeleitete Kohlensäure das Aetznatron in kohlensaures Salz übergeführt war, wurde das Magma mit Alkohol völlig extrahirt. Dieses Auszuges Verdampfungsrückstand hinterliess beim Behandeln mit Wasser etwa 10 g eines schön krystallisirten Körpers — 70 g Dehydrocholsäure waren in Arbeit genommen worden. — Durch Umkrystallisiren aus Alkohol stieg sein Schmelzpunkt auf 257°,

0.2039 g Substanz gaben 0.4911 g Kohlensäure und 0.1436 g Wasser.

0.2006 g Substanz gaben 0.4847 g Kohlensäure und 0.1430 g Wasser.

0.1843 g Substanz gaben 0.1163 g Chlorsilber.

0.1792 g Substanz gaben 0.1152 g Chlorsilber.

	Berechnet	Gefunden	
für $C_{24}H_{32}O_3Cl_2$ (Bichlorisodehydrocholal)			
C	65.60	64.68	65.85 pCt.
H	7.29	7.84	8.17 »
Cl	16.17	15.60	15.84 »

Dieser so complicirt zusammengesetzte Körper ist unzersetzt schmelzbar. Erhitzt man ihn selbst stundenlang über seinen Schmelzpunkt, so erstarrt er nachher wieder zu einer dunklen krystallinischen Masse, die erst aus verdünntem Alkohol umkrystallisirt, hernach aus absolutem durch Petroläther fractionirt gefällt wurde.

0.1778 g Substanz gaben 0.4300 g Kohlensäure und 0.1195 g Wasser.

	Ber. für $C_{24}H_{32}O_3Cl_2$	Gefunden
C	65.60	65.94 pCt.
H	7.29	7.49 »

Die Chlorbestimmung fiel 1.5 pCt. zu niedrig aus. Sie sollte durch Glühen mit Kalk im offenen Rohr bewerkstelligt werden, aber nur, wenn man ausserordentlich heftig glüht, führt sie zu richtigen Zahlen bei dieser Körperklasse, wie sich im Laufe der Arbeit herausstellte; und bei dieser Analyse war das versäumt worden.

Diesem chlorhaltigen Derivat kommt auch die Eigenschaft zu, sich in concentrirter Schwefelsäure unter minimaler Gasentwicklung

zu lösen. Giesst man diese Lösung alsdann in Wasser, so fällt ein Körper aus, der nach dem Umkrystallisiren aus Alkohol sich als chlorfrei erweist und bei 242° schmilzt.

0.2550 g Substanz gaben 0.6690 g Kohlensäure und 0.1973 g Wasser.

0.1942 g Substanz gaben 0.5091 g Kohlensäure und 0.1470 g Wasser.

	Ber. für $C_{24}H_{34}O_5$	Gefunden	
C	71.6	71.55	71.49 pCt.
H	8.45	8.61	8.43 >

Der Körper, welcher weder in Säuren noch in Basen löslich ist, ist also isomer mit der Dehydrocholsäure. Er kann deshalb wohl Isodehydrocholal genannt werden, und sein chlorhaltiger Stammkörper wäre dann als Isobichlordehydrocholal zu bezeichnen.

Monochlordehydrocholsäure.

Die wässrige Lösung der Natriumsalze, welche nach dem Abfiltriren des Bichlorisodehydrocholals erhalten war, wurde mit Baryumchlorid ausgefällt. Das Filtrat von diesem Baryumsalz liess auf Salzsäurezusatz reichliche Mengen einer Säure fallen, die mit Aether aufgenommen wurde. Dieser hinterliess nach dem Verdunsten ein Harz, welches 40 ccm Normalnatronlauge zu seiner Lösung brauchte.

Durch fractionirtes Fällen dieser Lösung mit je 13 ccm Normal-säure wurden drei Fällungen erhalten, deren Elementaranalysen aber noch so divergirende Zahlen gaben, dass sich daraus nicht Sicheres berechnen lässt.

Das unlösliche Baryumsalz wurde mit einer Natriumcarbonat-lösung abgedampft und das so wieder zurückgebildete organischsaure Natriumsalz mit Alkohol extrahirt.

Es wurden 22 g davon erhalten. Seine wässrige Lösung wurde nacheinander mit je 15 ccm Normalsäure gefällt, was zu 4 Fractionen führte. Diese wurde mit Aether aufgenommen, und die ätherischen Lösungen blieben dann 24 Stunden mit Chlorcalcium und Thierkohle stehen. Die Rückstände dieser Lösungen kamen schliesslich, nachdem sie bis zur Gewichtsconstanz getrocknet waren, bis auf Fraction 4, deren Menge dazu nicht genügte, zur Elementar-Analyse. Fraction 1 und 2 schienen krystallinisch, Fraction 3 nicht.

Fraction 1: 0.2053 g Substanz gaben 0.5096 g Kohlensäure und 0.1610 g Wasser.

Fraction 2: 0.2099 g Substanz gaben 0.5260 g Kohlensäure und 0.1587 g Wasser.

Fraction 3: 0.2096 g Substanz gaben 0.5295 g Kohlensäure und 0.1584 g Wasser.

daraus berechnet sich der Procentgehalt an Kohlenstoff zu:

67.7 pCt. 68.34 pCt. 68.89 pCt.

an Wasserstoff zu:

8.73 pCt 8.41 pCt. 8.43 pCt.

Nun verlangt die Formel der Dehydrocholsäure, wenn in ihr eine Hydroxylgruppe durch Chlor vertreten ist, folgende Zahlen für $C_{24}H_{33}O_4Cl$

	Berechnet	Gefunden
C	68.66	68.34 pCt.
H	7.86	8.41 »
Cl	8.45	8.63 »

eine daraufhin mit Fraction 2 ausgeführte Chlorbestimmung ergab 8.63 pCt.

0.2027 g Substanz hatten 0.0708 g Chlorsilber geliefert.

Schon nach diesen Daten kann es keinem Zweifel unterliegen, dass hier eine gechlorte Dehydrocholsäure vorliegt. Es wurde auch zur weiteren Identificirung ein Silbersalz dargestellt, indem die Säure in Ammoniak gelöst wurde, und nachdem dessen Ueberschuss verjagt war, die Lösung mit Silbernitrat ausgefällt wurde, wobei die zuerst fallenden Flocken für sich abfiltrirt wurden.

0.1880 g Substanz lieferte 0.0508 g Chlorsilber = 0.0382 g Silber.

	Ber. für $C_{24}H_{32}O_4ClAg$	Gefunden
Ag	21.49	20.32 pCt.

Nach vielen Versuchen gelang es schliesslich den Rest der Fraction 2 aus verdünntem Eisessig zum Krystallisiren zu bringen. Die Krystalle dieser Monochlordehydrocholsäure erscheinen unter dem Mikroskop als ausserordentlich dünne Tafeln. Ihr Schmelzpunkt liegt bei 241° .

Es wurde alsdann versucht das Chlor der Verbindung durch Wasserstoff zu ersetzen, indem sie mit Jodwasserstoffsäure und Phosphor am Rückflusskühler gekocht wurde. Stärkste Jodwasserstoffsäure führte zur Verharzung, solche von 1.5 spec. Gewicht zu einem krystallisirten chlorfreien Körper, der sich aber als zurückgebildete Dehydrocholsäure erwies.

0.1835 g Substanz gaben 0.4825 g Kohlensäure und 0.1402 g Wasser.

0.1907 g Substanz gaben 0.5005 g Kohlensäure und 0.1440 g Wasser.

	Ber. für $C_{24}H_{34}O_5$	Gefunden
C	71.6	71.71 71.58 pCt.
H	8.45	8.5 8.41 »

Unter Spaltung eines Moleküls Wasser hatte die Jodwasserstoffsäure also das Chlor als Salzsäure abgespalten und an seine Stelle eine Hydroxylgruppe gebracht.

Dass wirklich Dehydrocholsäure und kein Isomeres vorliegt, wurde am Schmelzpunkt und daran erkannt, dass sie sich beim Kochen mit Alkohol sofort wieder theilweise in ihren Ester verwandelte.

Königsberg. Pharmacologisches Institut der Universität.

122. Christian Götting: Ueber die Bildung zusammengesetzter Aether der Paraoxybenzoësäure und einen bisher nicht bekannten Dichlorhydrinester dieser Säure.

(Eingegangen am 2. März.)

Durch Einwirkung von Salzsäuregas auf eine Lösung der Paraoxybenzoësäure in Glycerin entstehen zusammengesetzte Aether, deren Mengenverhältniss von der Concentration der Lösung und namentlich von der Temperatur abhängig ist.

Von diesen Producten habe ich bisher einen Paraoxybenzoësäuredichlorhydrinester, $C_6H_4 < \begin{matrix} OH \\ CO \end{matrix} . OC_3H_5Cl_2$, rein dargestellt und untersucht, wie sich aus nachstehend beschriebenen Versuchen ergibt.

a) Bei längerer Einwirkung von Salzsäuregas auf eine mässig concentrirte im Kochsalzbade über $100^{\circ}C$ erhitzte Lösung der Paraoxybenzoësäure in Glycerin schied sich auf Zusatz von Wasser eine sehr dickflüssige ölartige Substanz ab, aus welcher nach längerem Stehen ein fester Körper krystallisirte.

b) Durch gleiche Behandlung einer bei $75^{\circ}C$ vollständig gesättigten Lösung entstand bei einer Einwirkungstemperatur von 70 bis 75° ohne Zusatz von Wasser eine ölige Materie in weit grösserer Menge als bei dem ad a angegebenen Versuche, welche sich auf Zusatz von Wasser vermehrte und in kurzer Zeit erstarrte.

Nachdem die aus beiden Experimenten hervorgegangenen Körper abgepresst und durch Umkrystallisiren gereinigt waren, wurde deren Identität durch die Schmelzpunktbestimmung nachgewiesen.

Die Untersuchung der Substanz ergab folgende Resultate:

Der Schmelzpunkt lag zwischen 74 und $76^{\circ}C$. — Die Verbrennung, welche mit vorgelegtem Silber vorgenommen wurde, und die nach der Methode von Carius ausgeführte Chlorbestimmung er-