

und kuppelten endlich ihre Diazoverbindung in essigsaurer-alkoholischer Lösung mit 2-Naphthol. Man erhält — auf diesem Wege un schwer — die bei 130° schmelzende Fischer-Wimmersche Kombination: [o-Toluidin-azo]-2-naphthol, [o-CH<sub>3</sub>.C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>.N:N]-C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>.OH.

#### 4. H. Thoms: Über Gleit-Dialyse. Zweite Mitteilung.

[Aus dem Pharmazeutischen Institut der Universität Berlin.]

(Eingegangen am 23. Oktober 1917.)

Im Heft 13 des Jahrgangs 50 [1917] dieser Berichte habe ich auf S. 1235 über eine Vorrichtung zur Beschleunigung der Dialyse Mitteilungen gemacht und diese durch die Abbildung der hierfür angewandten Apparatur erläutert. Es konnte gezeigt werden, daß beim Hinübergleiten der zu dialysierenden Flüssigkeit über die Membran des in Bewegung gesetzten Dialysators eine erhebliche Beschleunigung der Dialyse erzielt wurde.

Die beschriebene Vorrichtung hat sich gut bewährt. Der Verwendung dieses Gleit-Dialysators sind aber Schranken gesetzt, denn da bei den Umdrehungen die Flüssigkeiten auf die Membran auffallen, so wird dadurch ein Druck auf die Membran ausgeübt. Die zur Verwendung gelangenden Flüssigkeitsmengen dürfen daher nicht allzugroß sein, um ein Zerreißen der Membran zu verhindern.

Durch eine Änderung der Apparatur kann diesem Übelstande abgeholfen werden. Ordnet man die Dialysierscheibe nicht in der Richtung der Antriebswelle, sondern derartig an, daß diese in senkrechter Lage zur Scheibe sich befindet, so ruhen die Flüssigkeiten auf den Gefäßwänden der Umhüllungsgefäße, und bei der Umdrehung der Welle bewegt sich die Dialysierscheibe durch die in Ruhe befindlichen oder nur schwach bewegten Flüssigkeiten und hat daher nicht den Druck der Flüssigkeiten auszuhalten.

Man kann somit erheblich größere Gefäße und Flüssigkeitsmengen verwenden, ohne ein Zerreißen der Membran befürchten zu müssen.

Noch ein anderer Vorteil ergibt sich, wenn bei den Dialysiergefäßen die Membran senkrecht gestellt wird. Bei schlammabsetzenden Flüssigkeiten kann sich nicht der Schlamm auf der Membran niederschlagen und dadurch die Wirksamkeit derselben verringern, sondern er bleibt an der Gefäßwandung haften.

In kleinerer Ausführung kennzeichnet das Bild 1 die neue Anordnung.

Eine Beschleunigung der Dialyse läßt sich auch erreichen, wenn die aufrecht stehende Dialysiermembran innerhalb der beiden mit den Flüssigkeiten gefüllten und ihren Hauptdruck aushaltenden Gefäßen derartig mit einer Bewegungsvorrichtung verbunden ist, daß der Dialysator in schaukelnde Bewegung gesetzt wird.

Der Dialysierapparat kann in einer Schaukel hängen oder auf einer Schienenführung hin- und hergezogen werden.

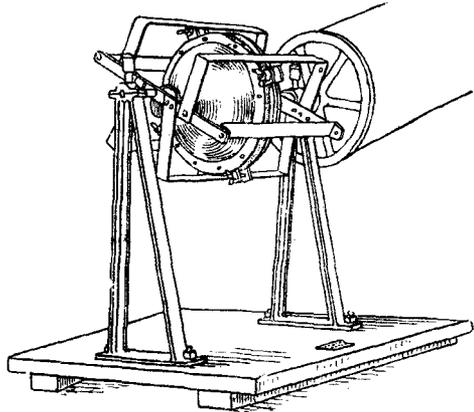


Abb. 1.

Die erstere Vorrichtung veranschaulicht das Bild 2. Daß mit fast gleichem Erfolg, wie bei der früher beschriebenen Apparatur, die neuerdings von mir konstruierten Apparate eine Beschleunigung der Dialyse bewirken, geht aus der Tabelle auf S. 44 hervor.

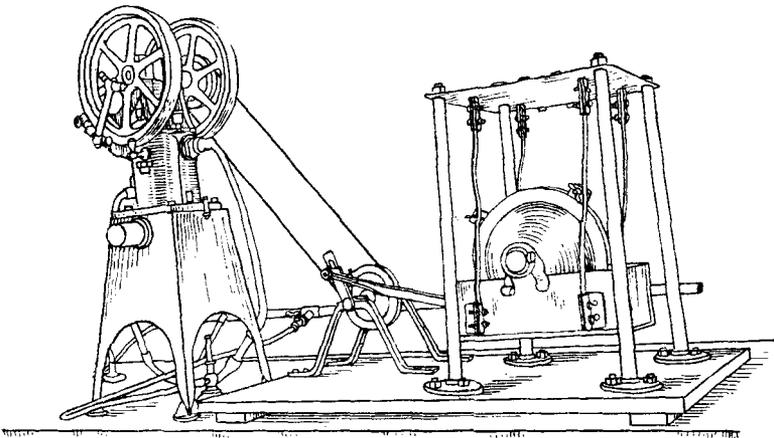


Abb. 2.

Wie früher wurde auch zu diesen Vergleichsversuchen bis zum konstanten Gewicht ausgetrocknetes Natriumchlorid benutzt; die Membran des Dialysators hatte einen Durchmesser von 15 cm, die Schütteldauer währte jedesmal 2 Stunden und wurde bei einer Temperatur

von 19—22° bewirkt. Die Umdrehungen des Dialysators betragen gegen 60 in der Minute.

Acht verschiedene Konzentrationen der Natriumchloridlösung (von  $\frac{1}{16}$  Mol bis  $2\frac{1}{2}$  Mol auf  $\frac{1}{2}$  l Wasser gelöst) kamen zur Verwendung. Die in der nachstehenden Tabelle gewählten Bezeichnungen A, B, C, D bedeuten: A einfache Dialyse ohne Schütteln, B der früher beschriebene Apparat mit horizontal gestellter Membran, C neuer Apparat mit senkrecht gestellter Membran, die, zentrisch an der Welle angebracht, sich durch die Flüssigkeiten bewegt, D Apparat mit senkrecht gestellter Membran, in schaukelnde Bewegung gesetzt.

Die angegebenen Werte sind durch die Ausführung von Kontrollversuchen gestützt.

Auf $\frac{1}{2}$ l Wasser gelöst NaCl	Gesamtmenge des durch die Membran diffundierten Salzes			
	A Einfache Dialyse ohne Gleit- vorrichtung g	B g	C g	D g
1. $\frac{1}{16}$ Mol = 3.656	0.3543	1.1863	{ 1.1251 1.0895	1.1167 1.1966
2. $\frac{1}{8}$ » = 7.312	0.7275	2.3657	{ 2.2269 2.2749	2.3383 2.3613
3. $\frac{1}{4}$ » = 14.625	1.7074	4.6333	{ 4.2861 4.2830	4.6497 4.3842
4. $\frac{1}{2}$ » = 29.25	3.445	9.0341	{ 8.1190 8.4916	8.7984 9.0413
5. 1 » = 58.5	7.1886	17.3264	{ 15.1401 15.6613	16.6759 17.0733
6. $1\frac{1}{2}$ « = 87.75	10.1035	23.8383	{ 22.3154 21.1818	23.4213 23.7618
7. 2 » = 117.00	13.482	30.96	{ 27.9286 28.4375	30.4406 30.9528
8. $2\frac{1}{2}$ » = 146.25	16.9956	36.4119	{ 33.7614 33.9039	35.8392 35.1264

Bei allen drei Dialysatoren mit Gleit-Apparatur zeigt sich fast die gleiche Beschleunigung gegenüber der einfachen Dialyse. Bei Verwendung von Apparat C bleiben die Werte gegenüber B und D etwas zurück, doch wird gerade Apparat C wohl die größte Stabilität aufweisen und scheint besonders geeignet zu sein, wenn von der Gleitdialyse in der Technik unter Verwendung großer Apparate Gebrauch gemacht werden soll.

Für das Verfahren der beschleunigten Dialyse unter Benutzung der neuerdings beschriebenen Apparate ist Patentschutz nachgesucht worden.

Bei der Ausführung vorstehender Bestimmungen hat mich Fräulein Margarethe Jaecks bestens unterstützt.

### 5. Emil Fischer, Max Bergmann und Werner Lipschitz: Neue Synthese der Digallussäure und Wanderung von Acyl bei der teilweisen Verseifung acylierter Phenol-carbonsäuren<sup>1)</sup>.

[Aus dem Chemischen Institut der Universität Berlin.]

(Eingegangen am 20. November 1917.)

Die krystallisierte Digallussäure wurde zuerst durch Kupplung von Dicarbomethoxy-gallussäure mit Tricarbomethoxy-galloylchlorid und nachherige Abspaltung der Carbomethoxygruppen erhalten<sup>2)</sup> und nach der Synthese anfänglich für die *para*-Verbindung gehalten; denn die benutzte Dicarbomethoxy-gallussäure gab bei der Methylierung mit Diazomethan und nachträglichen Verseifung die *p*-Methyläther-gallussäure. Die später ausgeführte Behandlung der Digallussäure mit Diazomethan lieferte aber überraschenderweise den charakteristischen Methylester der Pentamethyl-*m*-digallussäure, woraus zu schließen war, daß auch die ursprüngliche Digallussäure eine *meta*-Verbindung sei. Zum gleichen Resultate führte eine andere Synthese der Digallussäure aus Carbonylo-gallussäure und Tricarbomethoxy-galloylchlorid, wo die Verkupplung in der *meta*-Stellung von vornherein wahrscheinlich war. In der Tat gab auch dieses Präparat bei der Wirkung von Diazomethan den charakteristischen Methylester der Pentamethyl-*m*-digallussäure<sup>3)</sup>.

Wir haben nun eine dritte Synthese der Digallussäure ausgeführt in der Hoffnung, die noch fehlende *para*-Verbindung zu gewinnen.

<sup>1)</sup> Die nachfolgenden Versuche sind zum Teil schon vor langer Zeit ausgeführt. Ihre Beendigung war aber wegen unserer Inanspruchnahme durch Kriegsarbeiten nicht möglich, bis wir die Hilfe von Dr. Lipschitz gewannen. E. Fischer und M. Bergmann.

<sup>2)</sup> E. Fischer, B. 41, 2890 [1908]; E. Fischer u. K. Freudenberg, A. 384, 242 [1911].

<sup>3)</sup> E. Fischer und K. Freudenberg, B. 46, 1127 [1913]; vergl. ferner E. Fischer, B. 46, 3280 [1913].