

sorgfältig mit Wasser ausgewaschen und aus Alkohol umkrystallisiert. Ausbeute 14 g = ca. 75% der Theorie. Der Körper schmilzt bei 166–167° (unkorr.) und krystallisiert aus Alkohol in schneeweißen, glänzenden Blättchen. Er ist in Wasser, kaltem Alkohol, Benzol und Äther schwer, in heißem Alkohol genügend löslich. Durch Umlösen aus letzterem läßt er sich am besten reinigen.

o.1034 Sbst.: o.1974 g CO₂, o.0430 g H₂O.

C₁₁H₁₁O₂N. Ber. C 52.13, H 4.39. Gef. C 52.03, H 4.64.

Moskau, den 14. Juli 1924.

288. Helmuth Scheibler, Franz Sotscheck und H. Friese: Über Tetrahydro-furfurol¹⁾.

[Aus d. Organ. Laborat. d. Techn. Hochschule zu Charlottenburg.]

(Eingegangen am 21. Juli 1924.)

Während die katalytische Hydrierung ungesättigter aliphatischer Aldehyde meist ohne Bildung wesentlicher Mengen von Nebenprodukten zu den entsprechenden gesättigten Aldehyden führt²⁾, ist es bisher noch nicht gelungen, in entsprechender Weise Tetrahydro-furfurol zu erhalten. Bei den zahlreichen Versuchen, Furfurol zu hydrieren, wurde stets eine größere Menge Wasserstoff aufgenommen, als die beiden Doppelbindungen im Furanring erforderten. Selbst unter milden Versuchsbedingungen bei Zimmertemperatur und unter geringem Überdruck führt die Wasserstoff-Anlagerung in Gegenwart von Palladium-Katalysatoren sofort zum Tetrahydro-furfuralkohol³⁾, während bei Temperatursteigerung und Druckerhöhung gleichzeitig die verschiedensten Reduktionsprodukte auftreten. Hierbei wird einmal die Seitenkette bis zur Methylgruppe reduziert, wobei weiterhin noch Hydrierung des Furanringes stattfinden kann, oder die Seitenkette wird unter Hydrierung der gebildeten Reste abgespalten. Schließlich tritt auch noch Ringsprengung am Äther-Sauerstoffatom des Furanringes unter Wasserstoff-Anlagerung ein⁴⁾. So liefert die Hydrierungsmethode von Sabatier und Senderens folgende Produkte: α -Methyl-furan (Silvan), α -Methyl-tetrahydro-furan, Furan, Tetrahydro-furan, *n*-Butylalkohol, *sek.* Amylalkohol, Methyl-propyl-keton und Kohlenwasserstoffe.

Außer dem bereits erwähnten Tetrahydro-furfuralkohol sind noch verschiedene andere Derivate des Tetrahydro-furans durch Hydrierung der entsprechenden Furan-Derivate erhalten worden, z. B. Tetrahydro-brenzschleimsäure⁵⁾ und Tetrahydro-furäthylamin⁶⁾. Der aromatische Charakter, der die Furan-Derivate auszeichnet, geht bei der Hydrierung verloren, so daß die Tetrahydro-furan-Derivate den hydroaromatischen oder aliphatischen Verbindungen gleichen. Da Furfurol in seinem chemischen

¹⁾ Vorgetragen auf der Jahresversammlung des Vereins Deutscher Chemiker am 13. Juni 1924.

²⁾ Houben-Weyl, Die Methoden der organischen Chemie (2. Aufl., 1922), II. Bd., S. 261.

³⁾ H. Wienhaus, B. 53, 1656 und 1664 [1920].

⁴⁾ Padoa und Ponti, C. 1907, I 570; Bourguignon, C. 1908, I 1630; H. Pringsheim und H. Noth, B. 53, 114 [1920].

⁵⁾ H. Wienhaus und Sorge, B. 46, 1927 [1913].

⁶⁾ A. Windaus und O. Dallmer, B. 53, 2304 [1920].

Verhalten weitgehend mit Benzaldehyd übereinstimmt, so war auch eine gewisse Parallelität der Eigenschaften von Tetrahydro-furfurol und Hexahydro-benzaldehyd zu erwarten⁷⁾.

Um Tetrahydro-furfurol darzustellen, lag es nahe, eine zu weitgehende Hydrierung des Furfurols durch Schutz der empfindlichen Aldehydgruppe unmöglich zu machen. Zunächst wurde versucht, dies durch Acetalisierung zu erreichen. Das mit Hilfe von Ortho-ameisensäure-äthylester dargestellte Furfurol-diäthylacetal⁸⁾ nimmt auch bei der Hydrierung annähernd 4 Atome Wasserstoff auf, doch enthält das so gewonnene Tetrahydro-furfurol-diäthylacetal noch Beimengungen von niedrigerem Kohlenstoffgehalt. Es zeigte sich, daß bereits das Ausgangsmaterial nicht rein war, daß es vielmehr, nach der angegebenen Methode dargestellt, stets noch Reste von unverändertem Furfurol enthielt. Auch der unscharfe Siedepunkt (180–195⁰), den Claisen angibt, deutet darauf hin, daß er kein völlig reines Produkt in Händen hatte⁹⁾.

Zur Darstellung von Tetrahydro-furfurol eignet sich besser als das Acetal das gleichfalls bereits mehrfach beschriebene Diacetat (I)¹⁰⁾. Es ist im Gegensatz zum Acetal eine krystallisierte Verbindung, die leicht in reinem Zustande erhalten werden kann. Bisher wurde es stets unter Zuhilfenahme von Katalysatoren, wie konz. Schwefelsäure, Zinkchlorid usw. aus Furfurol und Essigsäure-anhydrid dargestellt, doch ließen die Ausbeuten sehr zu wünschen übrig, da starke Verharzung und Verkohlung gleichzeitig eintrat. Wir fanden, daß man vorteilhaft die stürmisch verlaufende Reaktion durch Zusatz von Eisessig als Verdünnungsmittel abschwächt, in analoger Weise wie Nef Benzylidendiacetat erhielt¹¹⁾, und daß man sich zur Isolierung zweckmäßig der Vakuum-Destillation bedient.

Von den zur Hydrierung verwandten Katalysatoren hatte palladierte Tierkohle die beste Wirksamkeit. Hierbei geht das krystallisierte Furfurol-diacetat ohne Bildung von Nebenprodukten in das flüssige Tetrahydro-furfurol-diacetat (II) über, das bei der Verseifung Tetrahydro-furfurol (III) liefert. Dieses hat völlig den Charakter eines aliphatischen Aldehyds und erinnert im Geruche an Acetaldehyd. Tetrahydro-furfurol dürfte auch dadurch noch von Interesse sein, daß es bei der Ringaufspaltung α , Dioxy-valeraldehyd (IV) liefern sollte, einen Körper, der zu den einfachen Zuckerarten in naher Beziehung steht, und der wohl große Ähnlichkeit mit α , γ -Dioxy-capronaldehyd hat¹²⁾.

⁷⁾ O. Wallach, A. **347**, 331 [1906]; N. Zelinsky und I. Gutt, B. **40**, 3050 [1907].

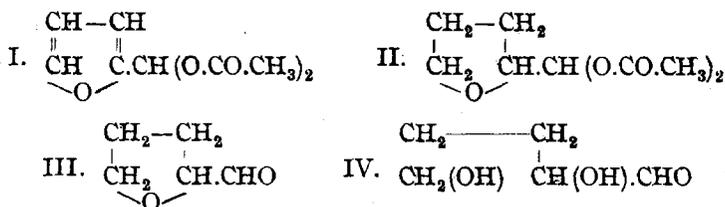
⁸⁾ L. Claisen, B. **40**, 3907 [1907].

⁹⁾ Nach Abschluß dieser Arbeit macht uns Hr. H. Wienhaus darauf aufmerksam, daß sein Schüler G. Deihle bereits im Jahre 1920 Furfurol-diäthylacetal hydriert und Tetrahydro-furfurol erhalten habe. Nach den Angaben im Dissertations-Auszug von G. Deihle scheint aber kein reines Tetrahydro-furfurol vorgelegen zu haben, denn es wird dort als schwach violett gefärbtes Öl, welches nach kurzer Zeit ganz dunkelbraun wurde, beschrieben. Auch die Dichte ($d^{20} = 1.1380$) ist zu hoch angegeben. Wahrscheinlich enthielt das Präparat noch Furfurol ($d^{25} = 1.1544$).

¹⁰⁾ D. L. Law, Ch. Z. **32**, 366 [1908]; J. J. Blanksma, C. **1909**, II 1220; Knoevenagel, A. **202**, 119 [1914].

¹¹⁾ Nef, A. **298**, 278 [1897].

¹²⁾ B. Helferich und Russe, B. **56**, 759 [1923]; vergl. auch über δ -Oxyaldehyde, B. Helferich und Malkomes, B. **55**, 702, 706 [1922] und über δ -Oxyketone, M. Bergmann und M. Mickely, B. **55**, 1390 [1922].



Beschreibung der Versuche.

Hydrierung von Furfurol-diäthylacetal.

Furfurol-diäthylacetal wurde durch 3-stdg. Kochen von 20 g kurz zuvor unter 15 mm Druck destilliertem Furfurol und 30 g Ortho-ameisensäureester unter Zusatz von 25 g Alkohol und 0.5 g fein gepulvertem, sublimiertem Salmiak hergestellt. Bei der Verarbeitung¹³⁾ wurde das Acetal von 171—190° aufgefangen, die Hauptmenge ging zwischen 179—184° über. Die Ausbeute betrug 25 g.

Das Präparat ist nicht rein, wie die Analyse zeigte. Auch bei mehrfacher Wiederholung wurden immer zu niedrige Kohlenstoff- und Wasserstoffwerte erhalten. (Gef. C 63.01, 62.89, 63.12 und H 6.07, 5.98, 6.97. Ber. C 63.49 und H 8.29.) Wahrscheinlich liegt eine Beimengung von Furfurol (Ber. C 62.50 und H 4.20) vor.

7 g Acetal wurden in 20 ccm Alkohol gelöst und mit 10 ccm kolloidaler Platinalösung, enthaltend 0.09 g Pt (dargestellt mit Gummi arabicum und Hydrazinhydrat, Entfernung der Salze durch Dialysieren¹⁴⁾) versetzt. Beim Schütteln in einer Wasserstoff-Atmosphäre wurden im Laufe von 6 Stdn. 220 ccm absorbiert. Da die Wasserstoff-Aufnahme nachließ, so wurde unterbrochen, nach vorherigem Evakuieren 15 Min. mit Luft geschüttelt, dann noch 2 ccm frische Katalysatorlösung hinzugegeben und wieder mit Wasserstoff geschüttelt. Nach 6 Stdn. waren 385 ccm aufgenommen. Nachdem noch mehrmals aktiviert worden war, kam die Gasabsorption nach weiteren 33 Stdn. zum Stillstand, nachdem im ganzen 2.210 l Wasserstoff aufgenommen worden waren (für reines Acetal sind theoretisch 2.021 l bei 21° und 762 mm Druck erforderlich).

6 g Acetal wurden in 25 ccm Alkohol gelöst und 2.4 g palladierte Tierkohle, enthaltend 0.12 g Pd, zugegeben. Nach 6 Stdn. kam die Gasabsorption zum Stillstand, nachdem 1.860 l Wasserstoff aufgenommen worden waren. (Ber. 1.732 l.) — 6 g Acetal wurden in 25 ccm Äther gelöst und mit 2.4 palladierte Tierkohle (0.12 g Pd) geschüttelt. Die Hydrierung war bereits nach 5 1/2 Stdn. beendet, nachdem 1.87 l Wasserstoff aufgenommen waren.

Bei der Aufarbeitung wurde das hydrierte Acetal als eine farblose, ölige Flüssigkeit von apfelartigem Geruch erhalten, die von 187—190° siedete. Da das Ausgangsmaterial Beimengungen erhielt, so wurden auch hier bei der Analyse zu geringe Kohlenstoff- und Wasserstoffwerte erhalten (gef. C 60.82, 61.02, 60.68 und H 10.13, 10.02, 9.98; ber. C 62.03 und H 10.42), bei Präparaten, die auf verschiedenen Wegen hergestellt waren. Auch enthielten sie bereits freien Aldehyd, wie sich bei der Prüfung mit Fehlingscher Lösung zeigte. Zur Reindarstellung von Tetrahydro-furfurol eigneten sich die Präparate nicht, da sie schwer abtrennbare Beimengungen, hauptsächlich wohl Tetrahydro-furfuralkohol, enthielten.

Furfurol-diacetat (I).

75 g Furfurol wurden mit 135 g Essigsäure-anhydrid und 30 g Eisessig 4 Stdn. auf 160—170° am Steigrohr erhitzt. Hierbei nahm das Gemisch eine dunkle Färbung an, doch ist die Menge der Verharzungs-

¹³⁾ vergl. L. Claisen, a. a. O. ¹⁴⁾ A. Skita u. W. A. Meyer, B. 45, 3579 [1912].

produkte nicht bedeutend. Bei der nun folgenden Destillation unter 17 mm Druck gingen nach einem aus nicht umgesetzten Ausgangsmaterialien bestehenden Vorlauf bei 129° 45 g Diacetat über, das bald krystallinisch erstarrte. Im Kolben blieb nur eine geringe Menge eines verkohlten Rückstandes. Der Vorlauf wurde nach Zugabe von weiteren 135 g Essigsäureanhydrid und 10 g Eisessig nochmals 6 Stdn. gekocht und dann 3 Tage bei Zimmertemperatur aufbewahrt. Die Ausbeute an Diacetat, das durch Destillation abgetrennt wurde, betrug 58 g, so daß die Gesamtausbeute 68.5% der Theorie ausmachte. Das so gewonnene Präparat enthielt noch Furfurol, von dem es durch Umkrystallisieren aus einem Gemisch von etwa 1 Tl. Äther und 10 Tln. Petroläther leicht getrennt werden konnte.

Das Furfurol-diacetat scheidet sich beim langsamen Abkühlen seiner Lösungen in Äther, Petroläther oder Ligroin in Tafeln ab; beim Umkrystallisieren aus Petroläther erhält man beim schnellen Erkaltenlassen nadelförmige Krystalle. Der Schmelzpunkt¹⁵⁾ der tafelförmigen Krystalle liegt bei 52—53°, während die nadelförmigen bei 49—51° schmelzen. Diese Differenz kann nicht auf den Gehalt von Lösungsmittel zurückgeführt werden, da sorgfältig im Vakuum über Paraffin und Phosphorpenoxyd getrocknet worden war. — Während das Rohprodukt infolge seines Gehaltes an Furfurol an feuchter Luft leicht verharzt, ist das reine Präparat ganz beständig.

Tetrahydro-furfurol-diacetat (II).

Die Versuchsanordnung bei der Hydrierung von Furfurol-diacetat war ähnlich der von Hinrichsen und Kempf beschriebenen¹⁶⁾. Die Versuche wurden bei Zimmertemperatur ausgeführt.

1. Mit Platinmohr¹⁷⁾: 5 g Diacetat wurden in 25 ccm Eisessig gelöst und 0.2 g Platinmohr zugegeben. Nach 3-maliger Aktivierung durch Schütteln mit Luft und nochmaligem Zusatz von 0.1 g Katalysator war die Hydrierung nach 14 Stdn. beendet (aufgenommene Wasserstoffmenge 1.250 l, ber. 1.237 l (20°, 760 mm).

2. Mit Palladiummohr¹⁷⁾: 5 g Diacetat wurden in 25 ccm Eisessig gelöst und mit 0.08 g Palladiummohr geschüttelt. Nach 5 Stn. waren 95 ccm Wasserstoff absorbiert, nach drei weiteren Stunden nur noch 30 ccm. Auch bei einer Versuchstemperatur von 60° war keine Steigerung der Hydrierungsgeschwindigkeit festzustellen.

3. Mit palladinierter Tierkohle¹⁸⁾: a) Eisessig als Lösungsmittel: 5 g Diacetat wurden in 40 ccm Eisessig gelöst und dazu 3 g palladierte Tierkohle mit einem Gehalt von 0.15 g Pd (5-proz. Katalysator) zugegeben. Die Wasserstoff-Aufnahme verlief folgendermaßen:

1.	2.	3.	4.	5. Stde.
430	430	280	130	65 ccm

Die Absorption war nach 5 Stdn. beendet.

b) Äther als Lösungsmittel: 5 g Diacetat wurden in 50 ccm Äther gelöst und dazu 3 g palladierte Tierkohle (0.15 g Pd, 5-proz. Katalysator) zugegeben. Die Wasserstoff-Aufnahme verlief folgendermaßen:

1.	2.	3.	4.	5. Stde.
450	350	280	190	30 ccm

¹⁵⁾ J. J. Blanksma, C. 1909, II 1220, gibt 52° aus Petroläther, D. J. Law, Ch. Z. 32, 366 [1908], 45° aus Alkohol, E. Knövenagel, A. 402, 119 [1914], 54° aus Ligroin an.

¹⁶⁾ B. 45, 2110 [1912].

¹⁷⁾ Darstellung nach R. Willstätter und E. Waldschmidt-Leitz, B. 54, 121 und 123 [1921].

¹⁸⁾ Darstellung nach C. Mannich und E. Thiele, Ber. Pharm. Ges. 26, 37 [1916].

Die Absorption war nach $4\frac{1}{4}$ Stdn. beendet, also in etwas kürzerer Zeit als bei Verwendung von Eisessig.

5 g Diacetat wurden in 50 ccm Äther gelöst und dazu 1,5 g palladierte Tierkohle (0,15 g Pd, 10-proz. Katalysator) zugegeben. Die Wasserstoff-Aufnahme (1,300 l) war bereits nach $3\frac{3}{4}$ Stdn. beendet.

Die zuletzt angegebene Versuchsanordnung ist also die günstigste. Auch die Verwendung von Äther als Lösungsmittel ist gegenüber Eisessig für die weitere Verarbeitung vorteilhafter, weil Äther leichter als Eisessig von der hydrierten Verbindung getrennt werden kann. Der zur Hydrierung verwandte Äther muß mit Natronlauge und alkalischer Permanganatlösung gewaschen und nacheinander mit Chlorcalcium und Natriumdraht getrocknet worden sein. War der Äther nicht in dieser Weise gereinigt worden, so fand bisweilen gar keine Wasserstoff-Aufnahme statt.

Für die Verwendung von palladierter Tierkohle bedeutet es einen wesentlichen Vorteil, daß es uns gelang, diese mehrmals zu aktivieren, und zwar in folgender Weise: Die unwirksam gewordene Tierkohle wurde zunächst sorgfältig mit Alkohol und Äther ausgewaschen, dann erhitze man sie in einer Kohlensäure-Atmosphäre 2 Stdn. auf $140-150^\circ$ und ließ sie gleichfalls im Kohlensäurestrom erkalten. Hierzu wurde ein gewöhnlicher Trockenschrank benutzt.

5 g Diacetat, in 50 ccm Äther gelöst, nahmen beim Schütteln mit 3 g vorher völlig unwirksamer, dann aber im Kohlensäurestrom aktivierter palladierter Tierkohle (0,15 g Pd) die berechnete Menge Wasserstoff in 4 Stdn. auf.

Der Hydrierungsversuch darf nicht unterbrochen werden; daher empfiehlt es sich, nicht mehr als 5 g Diacetat auf einmal zu verarbeiten. Bei der Weiterverarbeitung wurden 5 Portionen (aus 25 g Furfurol-diacetat) vereinigt. Nachdem vom Katalysator abfiltriert worden war, wurde der Äther unter Verwendung einer Kolonne verdampft und dann das Diacetat unter vermindertem Druck destilliert. Unter 29 mm gingen von $128-133^\circ$ 2,4 g und konstant bei 133° 18,9 g als klare, farblose Flüssigkeit über, die im Gegensatz zu der nicht hydrierten Verbindung keine Neigung zur Kristallisation zeigt.

0,1884 g Sbst.: 0,3702 g CO_2 , 0,1189 g H_2O . — 0,2538 g Sbst.: 0,4984 g CO_2 , 0,1604 g H_2O .

$\text{C}_9\text{H}_{14}\text{O}_6$ (202,1). Ber. C 53,44, H 6,98. Gef. C 53,59, 53,56, H 7,06, 7,07.

Tetrahydro-furfurol-diacetat ist leicht löslich in den gebräuchlichen organischen Solvenzien und schwer löslich in Wasser; $d_{20}^{20} = 1,1483$; $d_4^{20} = 1,1495$,

Bei $20,3^\circ$ wurde gefunden¹⁹⁾: $n_D = 1,43831$, $n_D = 1,44052$, $n_D = 1,44568$, $n_D = 1,44991$.

	M_a	M_D	M_3	M_7	M_{3-a}	M_{7-a}
Gef.	46,18	46,38	46,86	47,24	0,68	1,06
Ber.	46,07	46,27	46,75	47,18	0,68	1,12
E.M.	+ 0,11	+ 0,11	+ 0,11	+ 0,06	± 0,00	— 0,06
E.Σ.	+ 0,05	+ 0,05	+ 0,05	+ 0,03	± 0%	— 5,4%

Tetrahydro-furfurol (III).

Zur Verseifung wurde das Diacetat mit der gleichen Menge *n*-Schwefelsäure im Kohlensäurestrom gekocht. Nach einigen Minuten erfolgt plötzlich Lösung. Zur Vervollständigung der Verseifung wurde noch 15 Min. gekocht und dann die Lösung unter Kohlensäure abgekühlt. Die empfindliche Probe

¹⁹⁾ Die Ausführung der refraktometrischen Bestimmungen verdanken wir Hrn. Priv.-Doz. Dr. E. Krause.

auf Furfurol mit essigsaurem Anilin gab ein negatives Resultat. Es wurde zunächst mit Kaliumbicarbonat neutralisiert, mit Äther überschichtet, darauf mit Kaliumcarbonat so lange ausgesalzen, bis alles Wasser gebunden war, die Salzmasse noch mehrmals ausgeäthert, die ätherische Lösung über Natriumsulfat getrocknet und der Äther im Kohlensäurestrom unter Benutzung einer Fraktionierkolonne verdampft. Bei Verwendung von 10 g Diacetat betrug die Ausbeute an Aldehyd (Rohprodukt) 6 g. Das Tetrahydrofurfurol siedet unter 29 mm bei 45—47° und unter 779 mm bei 142—143° ohne Zersetzung als farblose leicht bewegliche Flüssigkeit. Tetrahydrofurfurol ist bereits in der gleichen Gewichtsmenge Wasser löslich, ferner löst es sich leicht in den gebräuchlichen organischen Solvenzien, es riecht ähnlich wie Acetaldehyd und zeigt typische Aldehydreaktionen: Fehlingsche Lösung wird in der Wärme sofort, bei Zimmertemperatur nach 10 Min. reduziert, ammoniakalische Silberlösung gibt nach $\frac{1}{2}$ stdg. Stehen einen Silberspiegel, sodaalkalische Permanganatlösung wird entfärbt, fuchsin-schweflige Säure momentan gerötet. Es ist gegenüber Natronlauge verhältnismäßig unempfindlich, während konz. Salzsäure eine intensiv ziegelrote Färbung gibt. Im Gegensatz hierzu ist Furfurol sehr empfindlich gegenüber Natronlauge (Cannizzarosche Reaktion) und gibt mit konz. Salzsäure anfangs Violettfärbung, dann tritt bald vollständige Verharzung ein.

0.2170 g Sbst.: 0.4753 g CO₂, 0.1563 g H₂O.

C₅H₈O₂ (100.1). Ber. C 59.94, H 8.06. Gef. C 59.74, H 8.06.

$d_{20}^{20} = 1.0489$; $d_4^{20} = 1.0501$. — Bei 20.6° wurde gefunden: $n_D = 1.46780$, $n_D = 1.47036$, $n_B = 1.47558$, $n_\gamma = 1.48013$.

	M _α	M _D	M _β	M _γ	M _{β-α}	M _{γ-α}
Gef.	26.48	26.60	26.86	27.08	0.38	0.60
Ber.	24.63	24.74	25.01	25.23	0.38	0.61
EM.	+ 1.85	+ 1.86	+ 1.85	+ 1.85	± 0.00	— 0.01
EΣ.	+ 1.84	+ 1.85	+ 1.84	+ 1.84	± 0.0%	— 1.6%

Mit Phenyl-hydrazin in essigsaurer Lösung entsteht beim gelinden Erwärmen ein rötlich gelbes, öliges Phenyl-hydrazon, das nur schwierig krystallisiert und leicht verharzt. Auch mit Hydroxylamin entsteht nur ein öliges Derivat. Zur Charakterisierung eignet sich das Benzylphenyl-hydrazon: 0.9 g frisch destillierter Aldehyd wurden mit 1.5 g *asymm.* Benzylphenyl-hydrazin in 20 ccm 95-proz. Alkohol gelöst und 8 Stdn. im Kohlensäurestrom am Rückflußkühler gekocht. Nach Zugabe von wenig Wasser bis zur beginnenden Trübung wurde der Alkohol langsam im Vakuum bei Zimmertemperatur abgedunstet. Hierbei schied sich eine krystallinische Masse ab. Durch Umkrystallisieren aus Methylalkohol wurden schwach gelbliche, kleine, nadelförmige Krystalle vom Schmp. 67° erhalten.

0.1513 g Sbst.: 12.6 ccm N (16°, 764 mm).

C₁₆H₂₀ON₂ (280.2). Ber. N 10.00. Gef. N 9.76.

Der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft sprechen wir für die Überlassung der erforderlichen Menge Palladiumchlorür unseren verbindlichsten Dank aus.