

Das Produkt löste sich in Wasser von 100^o 1:9. In der Kälte fielen hexagonale Tafeln. Der Verlust bei 100^o, 15 mm war 21.5 % oder etwa 5 Mol. H₂O. Eine 0.575-proz. Lösung in Wasser drehte Licht der *d*-Linie im 1-dm-Rohr +0.27^o.

$$[\alpha]_D^{18} = +46.90/d^{17}$$

Oxydation des Nitro-strychnins durch Kaliumpermanganat.

Eine Lösung von 5 g Base in 500 ccm Aceton oxydierte man bei 0^o mit 8 g Permanganat (10 O/2) 4 Stdn. unter Rühren. Der abfiltrierte Manganschlamm wurde in schwefliger Säure gelöst, die 2 g Harz zurückließ. Die Flüssigkeit zog man öfters mit Chloroform aus. Nur wenig wurde davon aufgenommen. Das Harz schied beim Verrühren mit Aceton 0.35 g Krystalle ab. Beide Fraktionen löste man in *n*-Bicarbonat, schüttelte mit Chloroform aus und fällte wieder mit Säure. Den Niederschlag krystallisierte man aus 60 Tln. kochendem Eisessig zu fast farblosen, sechseckigen Blättchen um: Ausbeute daran 0.35 g.

Verlust bei 100^o, 15 mm: 21.3, 20.5 % Essigsäure; ber. für 2C₂H₄O₂: 21.4 %.

C₂₁H₁₉O₆N₃ (441). Ber. C 57.14, H 4.31. Gef. C 57.65, H 4.61.

Die Nitro-strychninonsäure schmilzt je nach der Art des Erhitzens von 256 bis 266^o unter Zersetzung nach Sintern. Für das durch Nitrierung der Strychninonsäure¹⁷⁾ erhaltene Präparat ist 264–266^o angegeben. Die Nachprüfung ergab aber auch bisweilen Schmelzpunkte bis 256^o. Ebenso wurde ein Verlust von 21.5% beim Trocknen gefunden, so daß in allen Punkten Übereinstimmung besteht.

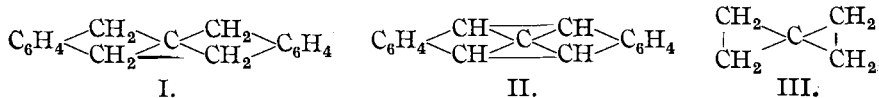
349. N. D. Zelinsky und N. I. Schuikin: Über das Spirocyclodecan und dessen Kontakt-Isomerisation.

[Aus d. Organ.-chem. Laborat. d. I. Universität, Moskau.]

(Eingegangen am 23. Juli 1929.)

Der Umstand, daß das Gebiet der isocyclischen Kohlenwasserstoffe spiran-artiger Struktur noch wenig untersucht worden ist, gab Veranlassung, uns mit der Synthese der möglichst einfach gebauten Spiran-Kohlenwasserstoffe zu befassen, um so mehr, als man gerade an solchem Material den Zusammenhang zwischen den chemischen und physikalischen Eigenschaften dieser Kohlenwasserstoffe und ihrer Struktur besonders gut ergründen kann.

Die bis jetzt dargestellten Spiran-Kohlenwasserstoffe, z. B. das Di-*o*-xylylen-methan (Bis-hydrinden-β,β-spiran (I), von Fecht) und der Kohlenwasserstoff II von Leuchs und Lock²⁾, die von den genannten Autoren noch



nicht genügend erforscht wurden, sind von recht komplizierter Zusammensetzung und Struktur, wodurch die nähere Erkenntnis der Eigenschaften

¹⁷⁾ A. 469, 222 [1929]: $[\alpha]_D^{25} + 49.2^{\circ}$.

¹⁸⁾ B. 43, 2425 [1910].

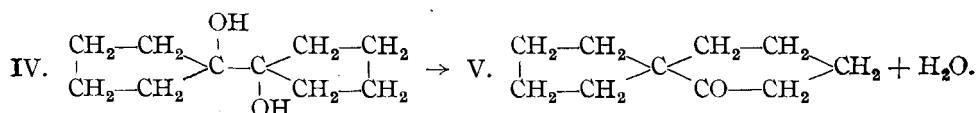
¹⁾ B. 40, 3883 [1907].

²⁾ B. 48, 1432 [1915].

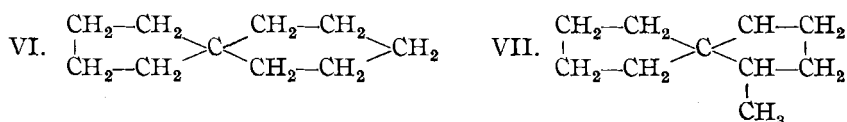
und Umwandlungen solcher Systeme erschwert wird. Der theoretisch einfachste Anfangs-Kohlenwasserstoff der Spiran-Reihe ist das von Gustavson³⁾ aus dem Tetrabromid des Pentaerythrits dargestellte „Vinyl-trimethylen“, das nach einer neueren Synthese von Zelinsky und Krawetz⁴⁾ richtiger als der Spiran-Kohlenwasserstoff III aufzufassen ist.

Leider muß bemerkt werden, daß das Ausgangsmaterial für die Spirocyclan-Synthesen wenig zugänglich ist, wodurch die Darstellung solcher Kohlenwasserstoffe besonders erschwert wird.

Zur Synthese des Spirocyclodecans (VI) bedienen wir uns des „Pinakolins“ V von Meiser⁵⁾, das er aus dem Pinakon des Cyclopentanons (IV) gewann. Dieses Pinakolin hat bereits spirocyclische Struktur, da ein anderer Mechanismus der Pinakolin-Umgruppierung im gegebenen Fall nicht denkbar ist:



Von diesem 1.1-Tetramethylen-cyclohexanon-(2) gingen wir dann zu dem uns interessierenden Spirocyclodecan (VI) über.



Wir stießen aber bei unserer Arbeit auf ganz besondere Schwierigkeiten, da bei der Reduktion des Cyclopentanons das ihm entspr. Pinakon in sehr geringer Ausbeute erhalten wird und als Hauptprodukte Cyclopentanol und reduzierte Kondensationsprodukte des Cyclopentanons auftreten.

Außer der nur geringe Ausbeuten gebenden Einwirkung von Natrium auf die ätherische Lösung des Cyclopentanons prüften wir noch eine ganze Reihe anderer Methoden, die in den letzten Jahren üblich geworden sind; aber auch diese führten nicht zum gewünschten Ziel, was wahrscheinlich darauf zurückzuführen ist, daß das Cyclopentanon sogar im alkalischen Milieu nicht geneigt ist, Kondensationsprodukte zu geben. Wir prüften in dieser Beziehung die Methode von A. H. Richard und P. Langlais⁶⁾, namentlich die Einwirkung des Mg-Amalgams auf Aceton, welche Methode in glatt verlaufender Reaktion Pinakon gibt; ferner die Methode von A. F. Holleman⁷⁾, Reduktion des Acetons mittels Mg in Gegenwart von Quecksilberchlorid; die Methode von L. P. Kyriakides⁸⁾, Einwirkung von Ca-Amalgam auf Aceton beim Siedepunkt desselben; wir prüften ferner die in der Patent-Literatur beschriebenen Methoden⁹⁾, die in der Reduktion

³⁾ Journ. prakt. Chem. [2] **54**, 97 [1896].

⁴⁾ Journ. Russ. phys.-chem. Ges. **44**, 1873 [1912]; B. **46**, 160 [1913].

⁵⁾ B. **32**, 2049 [1899].

⁶⁾ Bull. Soc. chim. France [4] **7**, 454 [1910].

⁷⁾ Rec. Trav. chim. Pays-Bas **25**, 206 [1906].

⁸⁾ Journ. Amer. chem. Soc. **36**, 530 [1914]. ⁹⁾ Dtsch. Reichs-Pat. 233894, 241896.

des Acetons mittels Mg in Gegenwart von Benzol oder mittels Al-Amalgams in Gegenwart von Jod bestehen. Alsdann wurde auch die Methode von Gomberg und Bachmann¹⁰⁾, die zur Gewinnung des Pinakons aus Benzophenon ausgearbeitet worden ist und in der Einwirkung von Mg und Jod auf Benzophenon in Benzol-Äther-Lösung besteht, in Anwendung auf das Cyclopentanon geprüft, die aber ebenfalls keine gute Ausbeute an dem entspr. Pinakon lieferte.

Wir waren deshalb genötigt, zur üblichen Reduktionsmethode der Ketone, d. h. zur Einwirkung von Natrium auf eine wäßrig-ätherische Lösung von Cyclopentanon, zu greifen. Nach einigen Abänderungen der Arbeitsbedingungen erzielten wir eine Erhöhung der Ausbeute auf 3% vom Gewicht des Cyclopentanons, gegenüber 1%, die Meiser¹¹⁾ erreicht hatte. Freilich ist auch das noch nicht viel, wir waren aber genötigt, das Pinakon so zu bereiten. Die Umgruppierung in das Pinakolin wurde mittels verd. Schwefelsäure auf dem Wasserbade im Laufe von 2 Stdn. bewirkt; wir überzeugten uns hierbei, daß zugleich mit dem Pinakolin, wie auch zu erwarten war, ein Kohlenwasserstoff als Produkt der vollständigen Dehydratation des Pinakons im rohen Pinakolin erhalten wird. Zur Entfernung dieser Beimengung wurde das rohe Pinakolin in das entspr. Semicarbazon übergeführt, aus dem sich durch Hydrolyse mittels wäßriger Oxalsäure schließlich das reine Pinakolin erhalten ließ. Vom Hydrazon des letzteren gingen wir zum Spirocyclodecan über, das sich in seinen physikalischen Eigenschaften von den isomeren bicyclischen Kohlenwasserstoffen (Caran, Pinan, Thujan) wie folgt unterscheidet: Sdp. 185–186°, spez. Gew. $d_{20}^{20}/4 = 0.8877$ und $n_D^{20} = 1.4748$; diese Konstanten sind bedeutend höher als bei den genannten Dihydro-terpenen. Seinem chemischen Charakter nach ist es ebenfalls diesen Kohlenwasserstoffen nicht ähnlich: verdünnte Permanganat-Lösung wird beim Schütteln schwach entfärbt; mit Brom verläuft die Reaktion heftig unter Bromwasserstoff-Entwicklung und Bildung eines Tetrabromids $C_{10}H_{14}Br_4$ vom Schmp. 130–132°.

Eine Eigentümlichkeit der Struktur des Spirocyclodecans besteht darin, daß es unter dem Einfluß des Kontakts mit Pt-Kohle in der Wasserstoff-Atmosphäre, ohne Anlagerung von Wasserstoff, eine eigenartige Isomerisierung (Transformierung) erleidet, die zur Bildung eines Kohlenwasserstoffes mit stark veränderten physikalischen Eigenschaften führt; es sinken nämlich besonders das spez. Gew. und der Brechungsindex stark: $d_{20}^{20}/4 = 0.8730$; $n_D^{20} = 1.4683$.

Der Mechanismus dieser Transformation ist z. Z. noch nicht klar. Man könnte annehmen, daß das aus dem Pinakon des Cyclopentanons (1,1'-Dioxydicyclopentyl) entstandene Spirocyclodecan im Kontakt mit Pt wiederum in dasselbe isocyclische System übergeführt wird, aus dem es bei der Pinakolin-Umgruppierung entstand, d. h. in das Dicyclopentyl, aber die physikalischen Eigenschaften¹²⁾ des letzteren: Sdp. 188–189°, $d_{20}^{20}/4 = 0.8604$, $n_D^{20} = 1.4652$ stimmen mit denen des Umwandlungsproduktes vom Spirocyclodecan nicht überein. Es ist deshalb die Möglichkeit nicht ausgeschlossen, daß das Transformations-Produkt einen neuen, ebenfalls spiran-artigen

¹⁰⁾ Journ. Amer. chem. Soc. **49**, 236 [1927].

¹¹⁾ loc. cit.

¹²⁾ B. **59**, 2590 [1926].

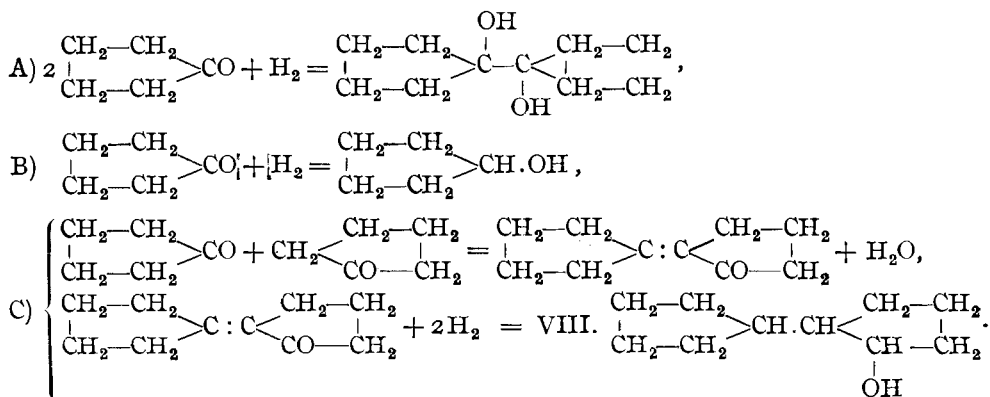
Kohlenwasserstoff, das Methyl-spirocyclononan (VII), darstellt, der durch Isomerisierung des Hexamethylenringes im Spirocyclodecan entstanden ist.

Beschreibung der Versuche.

Reine Adipinsäure, Schmp. 151°, wurde durch Oxydation von Cyclohexanol¹³⁾ mit Permanganat in alkalischer Lösung gewonnen. Durch Anwendung mechanischer Umrührens, einer verd. Natriumhydroxyd-Lösung (0,5-proz.) und äußerer Abkühlung (die Reaktion wurde bei einer Temperatur nicht über 10° durchgeführt) gelang es, eine Ausbeute an Adipinsäure bis zu 91% d. Th. zu erzielen.

Cyclopentanon¹⁴⁾, Sdp. 130–131°, gewannen wir durch Cyclisierung der Adipinsäure in Gegenwart von Ba(OH)₂, das in einer Menge von 4% vom Gewicht der Säure verwendet wurde. Ausbeute 76,5% d. Th. Mit Thoriumoxydhydrat als Katalysator (1% vom Gewicht der Säure) erreicht die Ausbeute sogar 90% d. Th. Wir haben für unsere Arbeit bis zu 3 kg Cyclopentanon hergestellt, das alsdann in Mengen von je 200–300 g reduziert wurde.

Das 1,1'-Dioxy-dicyclopentyl (Pinakon IV) gewannen wir durch Einwirkung von Natrium auf eine wäßrig-ätherische Lösung von Cyclopentanon im CO₂-Strom unter äußerer Abkühlung auf 5°. Das metallische Natrium — das Doppelte der theoretischen Menge — wurde langsam und regelmäßig in erbsengroßen Stücken zugesetzt. Der verdampfende und durch den CO₂-Strom fortgerissene Äther wurde von Zeit zu Zeit durch neuen ersetzt.



Nach der Menge der Reaktionsprodukte nimmt die Reaktion B) den ersten Platz ein, an zweiter Stelle folgt die Reaktion C). Die Ausbeute an Pinakon IV beträgt im Mittel 3,3% d. Th.; so erhielten wir z. B. aus 900 g Cyclopentanon stets 30 g Pinakon.

Nach entspr. Behandlung der Reaktionsprodukte und Übertreiben des Cyclopentanols (Sdp. 140–141°) wurde die dicke, sirup-artige Flüssigkeit im Vakuum fraktioniert. Aus den Fraktionen 125–140° und 140–150°

¹³⁾ vergl. B. 41, 575 [1908].

¹⁴⁾ Dtsch. Reichs-Pat. 256622.

(12 mm), die fast ganz zu einer farblosen, krystallinen Masse erstarrten, wurde durch Umlösen aus einem Gemisch von Petroläther und Benzol reines Pinakon, Schmp. 107–108°, gewonnen.

Durch mehrfaches Fraktionieren der niedriger siedenden Fraktionen gelang es, bedeutende Mengen eines gesättigten dicyclischen Alkohols, des Cyclopentyl-2-cyclopentanol-(1)¹⁵⁾ (VIII) zu gewinnen: Sdp.₁₂ 117 bis 118°; $d^{20}/_4 = 0.9802$; $n_D^{20} = 1.4885$; $M_D = 45.34$, ber. für C₁₀H₁₈O 45.50.

0.1512 g Sbst.: 0.4329 g CO₂, 0.1603 g H₂O.

C₁₀H₁₈O. Ber. C 77.85, H 11.77. Gef. C 78.08, H 11.86.

Dieser Alkohol ist eine farblose, ziemlich dicke Flüssigkeit, die angenehm, aber nur schwach riecht.

Das 1.1-Tetramethylen-cyclohexanon-(2) (Pinakolin V) wurde durch 2-stdg. Erwärmen des Pinakons (IV) mit verd. Schwefelsäure auf dem Wasserbade erhalten. Das rohe Pinakolin, Sdp.₁₃ 96–102°, wurde in das Semicarbazon übergeführt, das nach dem Waschen mit Äther, wäßrigem Alkohol und Wasser durch 3-stdg. Erwärmen bis zum Sieden mit der gleichen Menge Oxalsäure im wäßrigen Milieu zerlegt wurde; das ausgeschiedene Pinakolin wurde dann mit Wasserdampf übergetrieben.

Die Analyse des rohen, noch nicht über das Semicarbazon gereinigten Pinakolins ergab eine gegenüber der berechneten zu große Menge Kohlenstoff:

C₁₀H₁₆O. Ber. C 78.88, H 10.60. Gef. C 81.24, H 10.43.

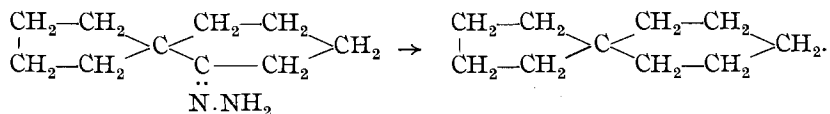
Dieser hohe Kohlenstoff-Gehalt im ungereinigten Pinakolin läßt sich durch die Anwesenheit des ungesättigten Kohlenwasserstoffs C₁₀H₁₄, d. h. des Produktes einer vollständigen Dehydratation des Pinakons, erklären.

Das reine, aus dem Semicarbazon isolierte Pinakolin ist eine dicke, hellgelbe Flüssigkeit, die nach Mentha-Campher riecht: Sdp.₁₃ 98–100°; $d^{20}/_4 = 0.9898$; $n_D^{20} = 1.4848$; $M_D = 44.03$, ber. für C₁₀H₁₆O 43.99.

Semicarbazon: Schmp. 191–192° (aus Äthanol umkrystallisiert).

Spirocyclodecan (1.1-Tetramethylen-cyclohexan, VI).

Durch Einwirkung von Hydrazin-Hydrat im Überschuß auf das ganz reine Pinakolin V in alkoholischer Lösung wurde das entspr. Hydrazon gewonnen, das beim Übertreiben des Äthanol in Form einer weißen, breiartigen, krystallinen Masse ausfiel. Das rohe Hydrazon wurde dann der Zersetzung¹⁶⁾ in Gegenwart von Pt und KOH (5% vom Gew. des Hydrazons) unterworfen. Diese Zersetzung gelang im gewöhnlichen Würtzschschen Kolben bei langsamem Erwärmen. Das entstandene Kondensat wurde behufs Vervollständigung der Zersetzung unter denselben Bedingungen nochmals destilliert. Die Reaktion verlief glatt:



¹⁵⁾ vergl. A. 389, 178 [1912]; Bull. Soc. chim. France [4] 11, 92 [1912]; A. 410, 36 [1915]; B. 59, 2581 [1926].

¹⁶⁾ A. 394, 86 [1912]; Journ. Russ. phys.-chem. Ges. 44, 1754 [1912].

Das mit verd. Essigsäure und Wasser gewaschene und mit Calciumchlorid getrocknete Spirocyclodecan stellt eine farblose, recht bewegliche Flüssigkeit vom Geruch eines reinen Erdöl-Kohlenwasserstoffs mit einer Terpen-Nuance dar; Sdp.₇₄₅ 185—186°; $d^{20}/_4 = 0.8877$; $n_D^{20} = 1.4748$; $M_D = 43.74$, ber. für $C_{10}H_{18}$ 43.98.

0.1154 g Sbst.: 0.3689 g CO_2 , 0.1330 g H_2O . — 0.1579 g Sbst.: 0.5030 g CO_2 , 0.1788 g H_2O .

$C_{10}H_{18}$. Ber. C 86.87, H 13.13. Gef. C 87.18, 86.88, H 12.90, 12.67.

Unser Kohlenwasserstoff entfärbt langsam eine verd. Lösung von Permanganat und reagiert lebhaft mit Brom unter Ausscheidung von Bromwasserstoff. Durch letztere Reaktion gewannen wir das Tetrabromid, eine kristalline, gelblich gefärbte Substanz, leicht löslich im Benzol, Toluol, schwer in Äther und unlöslich in Petroläther. Schmp. 130—132° unt. Zers.

0.1414 g Sbst.: 0.2336 g AgBr. — $C_{10}H_{14}Br_4$. Ber. Br 70.45. Gef. Br 70.31.

Die Synthese des Spirocyclodecans wiederholten wir 3-mal; dabei erhielten wir stets übereinstimmende, untereinander nur sehr wenig differierende Konstanten. Im ganzen gewannen wir ca. 30 g dieses interessanten Kohlenwasserstoffs.

Isomerisierung des Spirocyclodecans unter dem Einfluß eines Kontakts mit Platin.

Um zu sehen, ob das Spirocyclodecan einer Anlagerung von Wasserstoff fähig ist, haben wir es unter unseren üblichen Bedingungen bei 190° über aktivierte Pt-Kohle im Wasserstoffstrom mit der Geschwindigkeit von 4—5 Tropfen in der Min. geleitet. Das so gewonnene Produkt wies, bei unveränderter elementarer Zusammensetzung, sofort eine scharfe Veränderung seiner Konstanten mit Ausnahme des Siedepunktes auf: Sdp.₇₅₀ 185.5—186°; $d^{20}/_4 = 0.8730$, $n_D^{20} = 1.4683$; $M_D = 44.01$, ber. für $C_{10}H_{18}$ 43.98.

0.1075 g Sbst.: 0.3441 g CO_2 , 0.1244 g H_2O .

$C_{10}H_{18}$. Ber. C 86.87, H 13.13. Gef. C 87.29, H 12.95.

Das Isomerisations-Produkt des Spirocyclodecans verhielt sich gegenüber der Dehydrogenisations-Katalyse passiv: nach dem Überleiten über Pd-Asbest oder über Pt-Kohle bei 300° war das $n_D^{18} = 1.4701$ und der Sdp.₇₅₀ 185—186°.

Mit Permanganat reagiert es langsam. Eine besondere Portion des Spirocyclodecans wurde nunmehr bei 190° über Pt-Kohle in einer CO_2 -Atmosphäre mit derselben Geschwindigkeit wie oben geleitet. Das Produkt besaß folgende Eigenschaften: Sdp.₇₅₀ 185—186°; $d^{20}/_4 = 0.8784$; $n_D^{20} = 1.4728$; $M_D = 44.10$. Dies beweist, daß in der CO_2 -Atmosphäre in Abwesenheit von Wasserstoff die Kontakt-Isomerisation des Spirocyclodecans viel langsamer verläuft und das gewonnene Produkt ein Gemisch von Spirocyclodecan mit seinem Transformations-Produkt darstellt. Leitet man aber dieses Gemisch im schwachen Wasserstoffstrom über Pt-Kohle, so erhält man wiederum einen Kohlenwasserstoff mit allen Eigenschaften des Produktes einer vollständigen Isomerisation des Spirocyclodecans, wie aus den folgenden Konstanten erhellt: Sdp.₇₄₈ 185—186°; $d^{20}/_4 = 0.8725$; $n_D^{20} = 1.4691$.

0.1219 g Sbst.: 0.3886 g CO_2 , 0.1420 g H_2O .

$C_{10}H_{18}$. Ber. C 86.87, H 13.13. Gef. C 86.94, H 13.04.

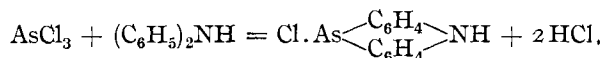
Der Mechanismus der Kontakt-Transformation des Spirocyclodecans ist von höchstem Interesse, und zwar als eine ganz unerwartete Reaktion, die theoretisch nicht vorauszusagen war. Will man eine solche Transformation rasch bewirken, so sind zwei Faktoren erforderlich: Kontakt mit Platin und Gegenwart von Wasserstoff. Über welche intermediären Zwischenformen diese eigentümliche Isomerisation vor sich geht, ist uns vorläufig nicht klar.

350. O. Seide und J. Gorski: Herstellung und Untersuchung einiger Abkömmlinge des Phenarsazins.

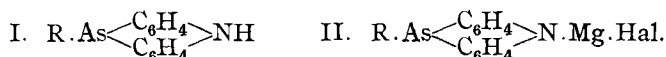
[Aus d. Laborat. d. II. Chem. Instituts d. Techn. Hochschule Moskau.]

(Eingegangen am 14. Juni 1929.)

Die Einwirkung aromatischer und aliphatischer Arsinchloride auf Diphenylamin, Phenyl-*p*-tolyl-amin, Phenyl- α -naphthyl-amin usw. ist bereits von einer Reihe von Forschern untersucht worden. Da die Bildung des 10-Chlor-9.10-dihydro-phenarsazins nach folgender Gleichung verläuft:



so hofften einige von ihnen, in Analogie mit obiger Reaktion durch Anwendung von organischen Arsenchlorid-Verbindungen vom Typus I zu erhalten.



Lewis und Stiegler¹⁾ beschrieben sogar eine Reihe solcher Verbindungen. Sie teilten mit, daß bei der Reaktion von β -Chlorvinyl-dichlor-arsin mit Diphenylamin bzw. mit Phenyl- α -naphthyl-amin, „6- β -Chlorvinyl-phenarsazin“ bzw. „7- β -Chlorvinyl-7.12-dihydro- γ -benzo-phenarsazin“ erhalten wird.

Burton und Gibson²⁾ prüften die Versuche von Lewis und Stiegler nach und fanden, daß in den beschriebenen Fällen sich nur 10-Chlor-9.10-dihydro-phenarsazin bildet. Außerdem stellten sie fest, daß bei der Reaktion zwischen Phenyl-dichlor-arsin und Diphenylamin ebenfalls nicht 10-Phenyl-9.10-dihydro-phenarsazin entsteht, sondern nur 10-Chlor-9.10-dihydro-phenarsazin erhalten wird.

Beinahe zur selben Zeit wurden im hiesigen Laboratorium von S. M. Scherlin³⁾ die Arbeiten von Lewis und Stiegler nachgeprüft; die erhaltenen Resultate stimmten mit den Ergebnissen von Burton und Gibson überein. Erst Aeschlimann⁴⁾ gelang es, einige Derivate vom Typus I durch Einwirkung magnesium-organischer Verbindungen auf 10-Chlor-9.10-dihydro-phenarsazin herzustellen. Es sollen dabei Verbindungen vom Typus II erhalten werden, die bei der weiteren Zersetzung mit Wasser Verbindungen vom Typus I ergeben. Da die oben erwähnten Abkömmlinge des Phenarsazins und ihre Spaltung mit Chlorwasserstoff im Zusammenhang mit

¹⁾ Lewis u. Stiegler, Journ. Amer. chem. Soc. **47**, 2551 [1925].

²⁾ Burton u. Gibson, Journ. chem. Soc. London **1926**, 464—470.

³⁾ Scherlin u. Epstein, B. **61**, 1823 [1928]; z. Tl. noch unveröffentlicht.

⁴⁾ Aeschlimann, Journ. chem. Soc. London **1927**, 413.