ist ziemlich schwer löslich; der Inhalt des Becherglases erstarrt deshalb bei der angegebenen Konzentration zu einer festen, krystallinischen Masse. Zu dem Reaktionsgemisch gibt man dann auf einmal 14 g Zinnchlorür, gelöst in 12 g konz. Salzsäure. Die etwas rosagefärbte Diazoverbindung wird weiß, löst sich intermediär auf und erstarrt dann wieder zu einem festen Brei. Die Masse wird einige Stunden in der Kältemischung stehen gelassen, dann scharf abgesaugt und auf dem porösen Tonteller getrocknet. Ausbeute 2.9 g = ca. 76% d. Th. Um dieses Phenyl-hydrazin-Derivat asche-frei zu erhalten, löst man es in Alkohol, filtriert ab und fällt das blanke Filtrat mit Äther aus. Die Verbindung hat Hydrazin-Eigenschaften, reduziert z. B. die Fehlingsche Lösung; sie schmilzt bei 195—1960, indem sie vorher bei ca. 140—1450 dunkel wird.

o.0093 g Sbst.: 0.98 ccm N (22°, 746 mm) (Mikro-Dumas). C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>Cl. Ber. N 11.27. Gef. N 11.48.

## 406. O. Faust: Die Zersetzungs-Geschwindigkeit von Viscose-Lösungen.

(Eingegangen am 10. August 1929.)

Die Frage nach der Zersetzungs-Geschwindigkeit von gewissen Cellulose-Lösungen beim Regenerieren von Cellulose, insbesondere aus Viscose, ist bisher kaum behandelt worden, obgleich sie eigentlich von besonderem Interesse sein sollte, wenn man berücksichtigt, daß die erwähnten Zersetzungen in der Praxis der Kunstseiden-Industrie in so großem Maßstabe vorgenommen werden, und daß gerade hier einerseits der Zeitfaktor, andererseits überhaupt die bei der Zersetzung und Fadenbildung auftretenden und sich zum Teil überdeckenden, physikalischen und chemischen Vorgänge von größter Bedeutung für die Qualität des erzeugten Fadens sind. Ich habe vor einiger Zeit¹) auf einige diese Fragen berührende Punkte auf Grund meiner Arbeiten hingewiesen.

Wesentlich ist bei der experimentellen Behandlung dieser Fragen natürlich die Methodik, und diese läßt sich ganz leidlich bewältigen. Die Zersetzungs-Geschwindigkeit der Viscose spielt bei der sog. Phasen-Bestimmung der Viscose<sup>2</sup>), also der Feststellung, wieviel [C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>]-Bausteine in der Viscose auf ein CS<sub>2</sub> entfallen, eine Rolle, und man kann die dabei verwendete Methode in einer etwas umgewandelten Form<sup>3</sup>) zu den Untersuchungen heranziehen. Sie gestattet eine brauchbare Beurteilung auch der Zersetzungs-Geschwindigkeit der Viscose unter verschiedenen Bedingungen.

Die Ausführung der Bestimmung und die gewählte Arbeitsweise war bei vorliegender Arbeit die folgende: Zur Herbeiführung gleichmäßiger Verhältnisse wurden alle Viscose-Lösungen mit 5% Cellulose-Gehalt und 5% NaOH-Gehalt hergestellt. 25 ccm dieser auf das 10-fache mit Wasser verdünnten Viscose-Lösung werden in einem mit 21 Wasser beschickten 4-1-Kolben eingebracht. Die Temperatur muß bei allen Untersuchungen streng gleich gehalten werden, beispielsweise auf +20°. (Jedoch ist es unter Umständen geboten, Reihen bei verschiedenen Temperaturen aufzunehmen.) In

<sup>1)</sup> O. Faust, Kunstseide, 3. Aufl., S. 21, 130, Verlag Steinkopff, Dresden 1929.

<sup>2)</sup> H. Jentgen, Laboratoriumsbuch für d. Kunstseide-Industrie.

<sup>3)</sup> O. Faust, loc. cit. S. 129—131.

den Kolben bringt man einige Tropfen Phenol-phthalein und verschließt ihn mit einem mit einem kleinen Tropftrichter versehenen Stopfen. Nun bringt man von der vorher auf <sup>1</sup>/<sub>1</sub>-Normalität gebrachten Säure, deren zersetzende Kraft. man bezüglich der Geschwindigkeit prüfen will, eine bestimmte, für die Zersetzung hinlänglich ausreichende Menge (die sich natürlich nach dem Alkali-Gehalt der Viscose-Lösung richtet), beispielsweise 6 ccm, in den Kolben hinein, indem man durch Blasen einen kleinen Überdruck in dem mit der Säure beschickten Tropftrichter erzeugt. Das Zulassen der Säure muß immer möglichst dieselbe Zeit dauern und auch möglichst schnell vor sich gehen. Zweckmäßig übt man alle diese Manipulationen vorher unter Messen der Zeit mit der Stoppuhr. Nach dem Zulassen der Säure oder auch schon während dieser Zeit (aber auch immer gleichmäßig bei allen Versuchen!) wird kräftig umgeschüttelt und sodann ein Überschuß an 1/10-n. Jod-Lösung in gleicher Weise wie vorher die Säure zugefügt und der verbleibende Jodrest zurücktitriert. Die Zeit zwischen der Entfärbung des Phenol-phthaleins und dem Zufügen des Jods ist die wirksam gewesene Zersetzungszeit, die mittels Stoppuhr genau und bei allen Versuchen in gleicher Weise festzustellen ist. Diese Zeit muß nun jeweils bei dem Versuch mit einer Säure, deren Wirkung gemessen werden soll, variiert werden. Die kürzeste Zersetzungszeit, die eingehalten werden konnte, waren 2 Sek.

Es ist darauf hinzuweisen, daß man nur mit einer solchen Methode, wie eben beschrieben, die eigentliche Zersetzungs-Geschwindigkeit untersuchen kann. Es ist vielleicht für den der Materie Fernerstehenden aber überraschend, daß diese Zersetzungs-Geschwindigkeit beispielsweise bei der Herstellung von geformten Gebilden aus Viscose, wie also von Films, künstlichem Roßhaar, Kunstseide und Ähnlichem, nur eine sekundäre Rolle spielt. Das ist darauf zurückzuführen, daß sich sofort bei der ersten Berührung der geformten Viscose mit der zersetzenden Säure an der Außenseite des Gebildes ein Häutchen aus regenerierter Cellulose von semipermeablem Charakter bildet, und es setzen nunmehr Vorgänge ein, die, weil langsamer verlaufend als die Zersetzung selber, dem ganzen Vorgang das Gepräge geben. Es sind dies Diffusionsvorgänge4) einerseits der Säure durch die in der Dicke immer weiter wachsende semipermeable Haut bis an den inneren Rand des entstandenen Schlauches, wo die Säure unter Bildung von Zersetzungsprodukten und weiterer Regenerierung von Cellulose "verbraucht" wird; andererseits haben diese teils gasförmigen, teils gelösten Zersetzungsprodukte das Bestreben, durch die Schlauchwand hindurch nach außen zu diffundieren.

Diese Vorgänge kann man nach dem oben angegebenen, auf meinen Gedankengängen und Arbeiten fußenden französ. Patent (identisch mit dem österreich. Patent 108122 und dem engl. Patent 277716 der I.-G. Farbenindustrie Akt.-Ges.) in ihrem Geschwindigkeitsablauf beeinflussen, und es zeigt sich, daß die diese Diffusionsvorgänge beeinflussenden Zusätze keinen Einfluß auf die Zersetzungs-Geschwindigkeit ausüben, wenn man die Zersetzung mit ein und derselben Säure, also z. B. mit Schwefelsäure, ausführt. Es ist natürlich klar, daß die Diffusions-Geschwindigkeit beim Übergang von einer zur anderen Säure wechselt, und daß ebenfalls die Zersetzungs-Geschwindigkeit verschiedener Säuren eine verschiedene ist.

<sup>4)</sup> vergl. Französ. Patent 612879; O. Faust, loc. cit. S. 21.

Folgende Säuren kamen in Anwendung: 1. Essigsäure, 2. Phosphorsäure, 3. Oxalsäure, 4. Salzsäure, 5. Schwefelsäure, 5a) Schwefelsäure mit einem Zusatz von 5% naphthalin-sulfonsaurem Natrium, das mit ½ Mol. Formaldehyd auf 1 Mol. des Salzes kondensiert war.

Die verwendeten Viscosen wurden immer mit 5% Cellulose-Gehalt und 5% Ätznatron-Gehalt hergestellt. Bei einer Hauptserie wurde die zur Viscose-Bereitung verwendete Alkali-cellulose nicht gereift, sondern gleich auf Viscose verarbeitet. Bei einer zweiten Hauptserie wurde die Alkali-cellulose vor der Weiterverarbeitung auf Xanthogenat einer 4-tägigen Reife bei +14-150 unterzogen. Zur Xanthogenat-Herstellung wurde die Alkalicellulose zumeist mit 33 Gew.-% Schwefelkohlenstoff, auf angewendete Cellulose berechnet, versetzt. Der Schwefelkohlenstoff-Verbrauch wurde aber auch zwischen 25% und 200% (auf angewendeten Zellstoff berechnet) variiert. Schließlich wurden auch noch einige Versuche mit Viscosen mit 7% Ätznatron durchgeführt, deren Zellstoff-Gehalt auf 8% gebracht war. Die Auswertung der Versuche geschah so, daß unter Zugrundelegung der bekannten Xanthogenat-Formel von Cross und Bevan NaS.CS.O(C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>)Na die Konzentration des aus dem Zersetzungsversuch sich ergebenden, noch vorhandenen Xanthogenats in % des in der unbehandelten Viscose vorhanden gewesenen Xanthogenats ausgedrückt wurde.

Die Untersuchungen haben ergeben, daß zwischen der Zersetzungs-Geschwindigkeit einer Viscose aus ungereifter Alkali-cellulose und einer solchen aus gereifter Alkali-cellulose ein merklicher Unterschied nicht besteht. Dieses Ergebnis war nach der theoretischen Auffassung des Baues der Cellulose-Teilchen aus zusammengebündelten Ketten von Glucose-Resten<sup>5</sup>) nicht anders zu erwarten. Bei Verwendung von gereifter Alkali-cellulose sind diese Bündel kleiner, insbesondere kürzer zu denken<sup>6</sup>) als bei Verwendung von ungereifter Alkali-cellulose, aber sie befinden sich alle im gelösten Zustande in einem Zustande weitgehender Quellung, die in ganz gleicher Weise bei Teilchen aus gereifter und bei Teilchen aus ungereifter Alkali-cellulose den Zutritt des chemischen Agens, in unserem Falle also der zersetzenden Säure, an die Stellen gestattet, die gerade mit dem Schwefelkohlenstoff in Ester-Bindung verknüpft sind. Diese Ergebnisse stehen auch in bester Übereinstimmung mit den von P. Karrer und mir<sup>7</sup>) bei der Untersuchung des enzymatischen Abbaus von mercerisierter ungereifter und mercerisierter gereifter Cellulose gefundenen Verhältnissen.

Die vorherige Reifung oder Nicht-reifung der Alkali-cellulose kann also nur insofern einen Einfluß auf die Zersetzungs-Geschwindigkeit haben, als bei der höheren Viscosität (nicht-gereifte Alkali-cellulose) die Diffusion des chemischen Agens entsprechend verlangsamt wird. Dieser Faktor fiel aber bei meiner Versuchs-Anordnung infolge der starken Verdünnung und des kräftigen Schüttelns weitgehend heraus.

Nach der mitgeteilten Auffassung<sup>6</sup>) über den Bau der gelösten Teilchen wird es aber auch verständlich, daß die Zersetzungs-Geschwindigkeit unter sonst gleichen Umständen um so geringer sein muß, je zahlreicher die veresterten Gruppen in den einzelnen Teilchen sind, da bei der Zersetzung an

 <sup>5)</sup> K. H. Meyer u. H. Mark, B. 61, 593 [1928]; Ztschr. physikal. Chem. Abt. B 2, 115 [1929].
 6) O. Faust, Kolloid-Ztschr. 46, 329 [1928].

<sup>7)</sup> O. Faust und P. Karrer, Helv. chim. Acta 12, 414 [1929].

diesen Stellen Mineralsäure verbraucht wird und neue Mineralsäure zur weiteren Zersetzung herangeschafft werden muß.

Legt man die oben angeführte Formel von Cross und Bevan dem Xanthogenat zugrunde, so ist bei einem Verhältnis von  $ICS_2$  auf einen  $[C_6H_{10}O_5]$ -Rest in einer Viscose mit 5% Cellulose-Gehalt ein Xanthogenat-Gehalt von 8.54% vorhanden. Die Abnahme dieses Xanthogenat-Gehaltes wurde aus den Versuchs-Ergebnissen in bekannter Weise berechnet und ergab das in den nachstehenden Tabellen 1a und 1b wiedergegebene Resultat.

## Tabelle 1a).

Änderung des Xanthogenat-Gehaltes mit der Zeit bei ungereifter Viscose, aus ungereifter Alkali-cellulose mit 33 % CS<sub>2</sub> hergestellt, unter der Einwirkung gleicher Mengen Normalsäure mit wechselndem Anion (20°).

(2.5 g Viscose mit 8.54 % Xanthogenat, auf 3 l verdünnt und mit 6 ccm <sup>1</sup>/<sub>1</sub>-n. Säure versetzt.)

		,	,		
Zersetzungszeit in Sek.	3	7	12	18	Bemerkungen
1) $\frac{1}{1}$ -n. Essigsäure	6.7	6.6	6.4	6.0	Die Zahlen der
2) $^{1}/_{1}$ -n. Phosphorsäure.	6.3	6.2	6.o	5.7	Tabelle bedeu-
3) $^{1}/_{1}$ -n. Oxalsäure	5.4	5.2	4.8	4.5	ten: % Xantho-
4) <sup>1</sup> / <sub>1</sub> -n. Salzsäure	5.2	4.9	4.5	4.2	genat in der Vis-
5) $^{1}/_{1}$ -n. Schwefelsäure .	5.I	4.8	4.3	4.I	cose nach der
5 a) <sup>1</sup> / <sub>1</sub> -n. Schwefelsäure m.	5.2	4.9	4.6	4.3	oben angegebe-
Zusatz von 5 % naph-					nen Zersetzungs-
thalin-sulfonsaurem					zeit.
Natrium, das mit 1/2					
Mol. Formaldehyd					
kondensiert war.					

## Tabelle 1b).

(Viscose wie in Tabelle 1a, jedoch nach 4-tägiger Reifung bei 150.)

7	Zersetzungszeit in Sek.	4	7	12	18	Bemerkungen
I)	¹/1-n. Essigsäure	6.5	6.2	5.8	5.5	Die Zahlen der
2)	$^{1}/_{1}$ -n. Phosphorsäure .	6.0	5.8	5.6	5.2	Tabelle bedeu-
3)	¹/ <b>1</b> -n. Oxalsäure	5.4	5.1	4.6	4.3	ten: % Xantho-
4)	$\frac{1}{1}$ -n. Salzsäure	4.0	3.9	3.6	3.3	genat in der Vis-
5)	$\frac{1}{1}$ -n. Schwefelsäure .	3.8	3.8	3.5	3.2	cose nach der
5 a)	wie 5a in Tabelle 1a	4.7	4.3	4.0	3.8	oben angegebe-
						nen Zersetzungs-
						zeit.

Die in den Tabellen angegebenen Zahlen des gemessenen Prozentgehalts der Viscose an Xanthogenat nach einer bestimmten Einwirkungsdauer der zersetzenden Säure sind gut reproduzierbar und dürften mit einem Fehler von höchstens 0.1-0.2% behaftet sein.

Die Zahlen lehren folgendes: Die größte Geschwindigkeit der Zersetzung herrscht ganz zu Beginn des Säure-Zusatzes. Ihr Verlauf war mit den angewendeten Mitteln nicht zu fassen, ist aber qualitativ ohne weiteres aus dem späteren Verlauf der Zersetzung rekonstruierbar. Die Viscose hatte einen maximalen Xanthogenat-Gehalt von 8.54% (entsprechend der oben aufgeführten Formel von Cross und Bevan). Diese Konzentration nimmt in den ersten 3 Sek. der Zersetzung um 1.8-2.0% bei Essigsäure und um rund 2.4% bei Einwirkung von Schwefelsäure ab. Auch im weiteren Verlauf

ist die Zersetzungs-Geschwindigkeit bei den starken Mineralsäuren noch etwas größer als bei den schwachen Säuren; dieser Unterschied flacht aber allmählich ab, wobei zu berücksichtigen ist, daß die geringe (in allen Fällen natürlich gleiche) Menge Säure fast ganz verbraucht wird, so daß wahrscheinlich bei stärkerer Zufuhr von Frischsäure diese Unterschiede auch im weiteren Verlauf deutlicher auftreten würden<sup>8</sup>). Bei der ungereiften Viscose liegen die Werte für die Mineralsäuren und die Oxalsäure nahe zusammen, während andererseits die von diesen stärker unterschiedenen Werte für Essigsäure und Phosphorsäure ebenfalls nahe zusammenfallen. Bei der gereiften Viscose ist vielleicht der Unterschied der verschiedenen Säuren stärker erkennbar. Auch hier fallen Salzsäure und Schwefelsäure in ihrer Wirksamkeit praktisch zusammen, während der Zusatz von dem Kondensationsprodukt der Naphthalin-sulfonsäure mit Formaldehyd zur Schwefelsäure eine geringe Verzögerung in der Säure-Wirkung verursacht.

Die eingangs erwähnte, für die Praxis der Viscose-Industrie so bedeutsame Diffusions-Geschwindigkeit ist bei den vorliegend wiedergegebenen Versuchen ausgeschaltet: 1. durch starkes Schütteln während der Zersetzung und 2. durch Anwendung so großer Verdünnung der zu zersetzenden Viscose, daß die Bildung von Häutchen und daher sich ergebenden, der direkten Zersetzung sich entziehenden Einschlüssen vermieden wird.

In dem Kurvenbild der Fig. 1 ist der Verlauf der Zersetzung von Viscose mit Essigsäure und mit Schwefelsäure, über  $^1/_2$  Stde. hinaus verfolgt, wiedergegeben.

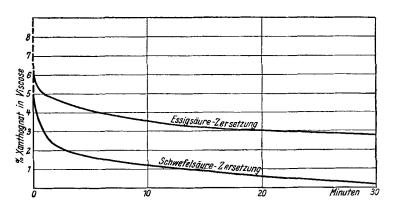


Fig. 1.

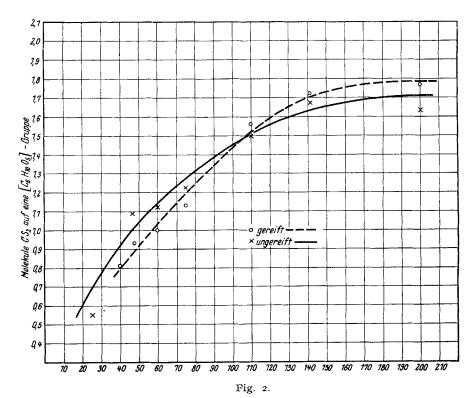
2.5 g Viscose mit 5% Cellulose und 5% NaOH auf 3 l  $\rm H_2O$  mit 6 ccm  $^1/_1$ -n. Säure versetzt.

Zersetzungs-Geschwindigkeit von ungereifter Viscose bei Einwirkung von Essigsäure und von Schwefelsäure.

Während nun bei der von Cross und Bevan angegebenen Formel für das Xanthogenat im allgemeinen angenommen wird, daß bei dem in der Klammer angegebenen Cellulose-Komplex NaS.CS. [C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>]<sub>n</sub>. Na der Index n nicht kleiner als 1 ist, ergibt sich bei Behandlung der Alkali-cellulose mit

<sup>8)</sup> Am besten wäre natürlich ein Konstanthalten der Acidität, was sich aber praktisch leider nicht durchführen läßt.

einer größeren Menge Schwefelkohlenstoff ein Xanthogenat, bei dem offenbar auf ein  $C_6H_{10}O_5$  mehr als eine  $GS_2$ -Gruppe entfällt. Diese Dinge werden aus dem Kurvenbild II (Fig. 2) deutlich, in welchem als Abscisse die Mengen angewendeten Schwefelkohlenstoffs in Gew.- $^{\circ}_{00}$  der angewendeten Cellulose aufgetragen sind, während die Ordinate wiedergibt, wieviel Mol.  $GS_2$  in der so hergestellten Viscose mit einer  $[C_6H_{10}O_5]$ -Gruppe zum Xanthogenat verbunden waren.



Zum Xanthogenieren verbrauchter CS2 in Gew.-% (auf angewandte Cellulose bezogen).

Das Xanthogenat wurde einmal aus ganz ungereifter Alkali-cellulose hergestellt (ausgezogene Kurve) und das andere Mal aus 4 Tage bei 150 gereifter Alkali-cellulose (gestrichelte Kurve). Man sieht, daß mit zunehmendem Schwefelkohlenstoff der im Xanthogenat gebundene Schwefelkohlenstoff immer langsamer ansteigt und anscheinend ein Maximum bei etwa 1.7–1.8 Mol. CS<sub>2</sub> auf eine  $[C_6H_{10}O_5]$ -Gruppe erreicht. Es können also offenbar mehr als eine OH-Gruppe des  $[C_6H_{10}O_5]$ -Bausteines der Cellulose durch Schwefelkohlenstoff verestert werden, worauf ich schon an anderer Stelle<sup>9</sup>) kurz hinwies. In der Praxis der Viscose-Industrie verwendet man natürlich diese großen Mengen Schwefelkohlenstoff nicht, da man schon mit viel geringeren Mengen gut lösliche Xanthogenate und gut koagulierbare Viscosen erhält. Im Gegenteil enthalten die mit viel Schwefelkohlenstoff hergestellten Viscosen natürlich

<sup>9)</sup> O. Faust, Kolloid-Ztschr. 46, 329 [1928].

große, aus der Nebenreaktion mit der Natronlauge sich ergebende Mengen von Trithio-carbonat, die die Ursache für größere Unbeständigkeit solcher Viscosen infolge starken Elektrolyt-Gehaltes sind.

In der folgenden Tabelle 2 sind die Zahlen, analog wie in der Tabelle 1a und 1b für eine ganz frische Viscose, aus 4 Tage bei 14º gereifter Alkalicellulose mit 110% CS<sub>2</sub>, auf Cellulose berechnet, wiedergegeben.

	Tabelle	2.			
Zersetzungszeit in Sek.	4	8	12	16	20
6 ccm <sup>1</sup> / <sub>1</sub> -n. Essigsäure	10.7	10.4	10.2	10.0	9.8
6 ,, $\frac{1}{1}$ -n. Phosphorsäure	8.7	8.r	7.4	6.7	6.0
6 ,, $\frac{1}{1}$ -n. Oxalsäure	6.6	6.1	5.6	5.1	4.7
6 ,, $\frac{1}{1}$ -n. Salzsäure	6.4	6.0	5.5	4.9	4.I
6 ,, $\frac{1}{1}$ -n. Schwefelsäure	7.4	6.4	5.7	5.0	4.5
6 ,, $\frac{1}{1}$ -n. Schwefelsäure unter Zu-	6.3	6.0	5.5	4.9	4.3
satz von 5 % mit Form-					
aldehyd kondensierten					
naphthalin-sulfonsauren					
Natriums.					

Der ursprüngliche Gehalt der Viscose an Xanthogenat betrug 12.8%. Also auch hier ist die Zersetzungs-Geschwindigkeit, wie zu erwarten, in den ersten Sekunden besonders groß. Die Wirkungen der Oxalsäure, der Salzsäure und der Schwefelsäure mit und ohne Zusatz sind meist sehr verschieden voneinander und wesentlich stärker als die der Essigsäure.

Zellstoff-Fabrik Waldhof, Mannheim-Waldhof, im Juli 1929.

## 407. E. Lederle und A. Rieche: Die Ultraviolett-Absorption des Hydroperoxyds und der einfachen Mono- und Dialkylperoxyde in Lösung (4. Mitteilung über Alkylperoxyde<sup>1</sup>)).

[Aus d. Physikal.-chem. Abteil. d. Instituts für angew. Chemie u. d. Chem. Laborat.
d. Universität Erlangen.]

(Eingegangen am 2. August 1929.)

In der vor kurzem erschienenen zweiten Mitteilung über Alkylperoxyde versuchte der eine von uns (A. Rieche) an Hand der für Hydroperoxyd, Dimethyl-, Methyl-äthyl- und Diäthylperoxyd gewonnenen Werte der Refraktion und Dispersion einiges über die Valenz-Betätigung der Peroxydgruppe, insbesondere beim Wasserstoffsuperoxyd, auszusagen. Zur Erklärung der beobachteten Exaltationen wurden verschiedene Möglichkeiten diskutiert. (Es wurde damals leider übersehen, daß das Diäthylperoxyd bereits 1926 von Strecker und Spitaler²) refraktometrisch untersucht worden war. Die beiden Autoren kamen zu ähnlichen Zahlen und formulierten das Diäthylperoxyd mit einer dreifachen Bindung der beiden Sauerstoffatome.) Zur weiteren Klärung der Frage wurde eine umfassende quantitative Untersuchung der Ultraviolett-Absorption von

 <sup>1) 1.</sup> Mitteil. A. Rieche, B. 61, 951 [1928], 2. Mitteil. B. 62, 218, 3. Mitteil. B. 62, 2458 [1929].
 2) W. Strecker und B. Spitaler, B. 59, 1754 [1926].

Berichte d. D. Chem. Gesellschaft. Jahrg, LXII.