

Nach einem Tage wurde das Oxy-chlorid mit Eiswasser zersetzt und das Chloroform im Vakuum abdestilliert. Die filtrierte klare wäßrige Lösung wurde alkalisch gemacht und mit Chloroform ausgeschüttelt. Der Chloroform-Rückstand (1.3 g) wurde mit Äther digeriert und der Ätherauszug (0.7 g) in verd. Salzsäure gelöst und nochmals filtriert. Die Salzsäure-Lösung wurde dann mit Platinoxyd katalytisch hydriert. (Aufnahme von Wasserstoff ca. 50 ccm.) Das so erhaltene Reduktionsprodukt XIV wurde in alkalischer Lösung sofort mit überschüssigem Dimethyl-sulfat zum Methyl-methosulfat umgesetzt und direkt unter Zufügung von Alkali dem Hofmannschen Abbau unterworfen. Nach 3-stdg. Erhitzen auf dem Drahtnetz wurde das abgeschiedene Öl mit Benzol aufgenommen, mit 1-proz. Salzsäure ausgeschüttelt und die saure Lösung wieder alkalisch gemacht und noch einmal mit Benzol ausgezogen. Der Benzol-Auszug hinterließ ein Öl, das mit Äther nochmals gereinigt wurde. Nach dem Abdunsten des Äthers löste man den öligen Rückstand in wenig Benzol und ließ im Eisschrank stehen. Die nach einiger Zeit erstarrende Base wurde zweimal aus Benzol-Petroläther umkrystallisiert. Die Krystalle bildeten schöne radial gruppierte farblose Nadeln, die nach Trocknen im Vakuum bei 125—126.5° schmolzen.

Die Mischprobe mit dem Methyl-daurocin- α -methin³⁰⁾ (Schmp. 127—128°) zeigte keine Schmelzpunkts-Depression. Ausbeute gering.

Ein Teil dieser Base wurde mit Jodmethyl versetzt; die Masse erstarrte sofort. Nach kurzer Zeit wurde das überschüssige Jodmethyl abgedunstet und der Rückstand aus Aceton-Methanol umkrystallisiert.

In Aussehen, Löslichkeit und Schmelzpunkt war dieses Jodmethylat vollkommen identisch mit dem Methyl-daurocin- α -methin-Jodmethylat³⁰⁾. Der Misch-Schmelzpunkt beider Präparate gab keine Depression.

2.557 mg Sbst.: 4.958 mg CO₂, 1.467 mg H₂O.

C₄₃H₅₆O₆N₂J₂ · 1.5 H₂O (977.3). Ber. C 52.80, H 6.08.
Gef. „, 52.88, „, 6.42.

108. K. W. F. Kohlrausch und R. Seka: Raman-Effekt und Konstitutions-Probleme, VII. Mitteil.: Cyclohexadien (Dihydro-Benzol).

[Aus d. Physikal. u. Organ.-chem. Institut d. Techn. u. Mont. Hochschule Graz-Leoben.]
(Eingegangen am 8. Februar 1935.)

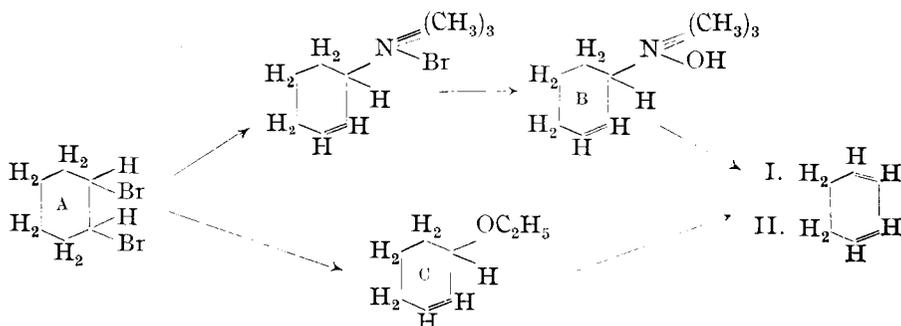
Im letzten Heft der amerikanischen Zeitschrift für chemische Physik hat Murray¹⁾ einen kurzen Artikel über „Das Raman-Spektrum von 1.3-Cyclohexadien“ veröffentlicht. Dies veranlaßt uns, die bisherigen Ergebnisse einer schon vor längerer Zeit begonnenen Untersuchung mitzuteilen, die sich sowohl auf 1.3- als 1.4-Cyclohexadien erstrecken sollte. In Bezug auf die erstere Substanz kommen wir zu Ergebnissen, die von denen Murrays beträchtlich abweichen.

A) 1.3-Cyclohexadien. Um sicher zu gehen haben wir diesen Körper nach zwei verschiedenen Verfahren dargestellt; und zwar nach Harries²⁾

³⁰⁾ a. a. O. ¹⁾ J. W. Murray, Journ. chem. Physics **3**, 59 [1935].

²⁾ C. Harries, B. **45**, 809 [1912].

bzw. Hofmann-Damm³⁾. Nach den Angaben von Harries wurde aus 1.2-Dibrom-cyclohexan (A) mit Trimethyl-amin die entsprechende von Cyclohexen abgeleitete quartäre Base (B) gewonnen, deren Zersetzung dann 1.3-Cyclohexadien, Präparat I, lieferte.



Zweitens wurde nach Hofmann-Damm die Alkohol-Abspaltung aus 1-Äthoxy-2-cyclohexen (C) durch zweimalige Destillation über Kaliumbisulfat durchgeführt und Präparat II erhalten. Die Konstanten der beiden Präparate I und II sind in der Tabelle 1 denen früherer Autoren gegenübergestellt, die nach den gleichen Methoden gearbeitet haben.

Tabelle 1. Konstanten von 1,3-Cyclohexadien (Präp. I u. II).

I	Harries ¹⁾ ...	Sdp ₇₆₀	80—80.5 ^o	$d_4^{20} = 0.8406$	$n_D^{20} = 1.4751, 1.4756$
	Willstätter ⁴⁾	Sdp ₇₂₇	78.3—78.8 ^o	$d_4^{20} = 0.8404$	$n_D^{20} = 1.4744$
	K. S.	Sdp ₇₂₆	78.2—78.8 ^o	$d_4^{20} = 0.8407$	$n_D^{20} = 1.4742$
II	Hofmann ³⁾ .	Sdp ₇₆₀	80.5—81 ^o	$d_4^{20} = 0.8410$	$n_D^{20} = 1.4755$
	K. S.	Sdp ₇₃₆	78—79 ^o	$d_4^{20} = 0.8410$	$n_D^{22} = 1.4739$

Das Raman-Spektrum von Präparat I wurde am 6. V. 1934 mit und ohne Filterung des erregenden Quecksilberlichtes durch eine den violetten Spektralteil absorbierende Chinosol-Lösung auf Pl. Nr. 1367 und 1368 aufgenommen. Nach 12 bzw. 8 Stdn. Exposition erhielten wir ein fast untergrundfreies starkes Streuspektrum mit insgesamt 74 verschobenen Streulinien; die Zuordnung zu den Erregerlinien ergab das in Tabelle 2 unter I angeführte Raman-Spektrum (ω = Frequenz in cm^{-1} , dazu in Klammern die subjektiv geschätzte relative Intensität; die römische Ziffer gibt an, wie oft die betreffende Linie im Streuspektrum auftritt).

Das Raman-Spektrum von Präparat II wurde auf Platte 1375 nur mit Filterung am 14. V. aufgenommen und ergab ein untergrundfreies Streuspektrum. Das aus ihm abgeleitete Raman-Spektrum ist identisch mit dem für Präparat I gefundenen; der Grad der Übereinstimmung erhellt aus den in Tab. 2 unter II angegebenen Zahlen. Nur im Frequenzgebiet der CH-Valenzfrequenzen ($\omega > 2800$) ist die Übereinstimmung nicht vollkommen, doch rührt dies daher, daß bei Aufnahmen mit Filter (Präp. II) die zugehörigen, vom blauen Quecksilber-Triplet erregten Raman-Linien gerade in die Empfindlichkeitslücke der Plattenemulsion fallen.

³⁾ F. Hofmann, P. Damm, Mitt. Schles. Kohlenforschungs-Inst. d. Kais. Will. Ges. **2**, 97 [1925]; C. **1925**, I, 2342.

⁴⁾ R. Willstätter, D. Hatt, B. **45**, 1464 [1912].

Tabelle 2. Die Raman-Spektren von 1.3-Cyclohexadien (Präparat I u. II).

I	II	I	II	I	II
199 (4b, III)	203 (3b)	1016 (2, II)	1010 (1)	1574 (20b, IV)	1573 (12)
296 (6, III)	296 (5)	1053 (2, II)	1052 (1)	1635 (1 $\frac{1}{2}$, I)	1633 (00)
471 (2, IV)	472 (1)	1148 (1, II)	1145 (1)	2818 (5, IV)	2823 (1)
504 (2, IV)	506 (2)	1174 (6, IV)	1174 (6)	2852 (5, I)	} 2862 (0)
557 (3, III)	556 (2)	1206 (0, II)	—	2876 (3, III)	
658 (0, II)	653 (00)	1235 (4, II)	1233 (3)	2942 (5b, III)	2934 (1)
749 (1 $\frac{1}{2}$, III)	746 (1 $\frac{1}{2}$)	1320 (2, II)	1323 (1)	3042 (10b, V)	3043 (3)
847 (8, VI)	846 (6)	1404 (4, II)	1406 (2)	3140 (1, II)	—
946 (6, II)	942 (5b)	1428 (5, II)	1427 (3)		

In Fig. 1 sind die beiden Spektren unter K. S. I bzw. K. S. II in den ersten beiden Zeilen graphisch dargestellt. In der dritten Zeile ist das von Murray¹⁾ für 1.3-Cyclohexadien gefundene Raman-Spektrum und darunter das Spektrum von Benzol und Cyclohexen eingetragen.

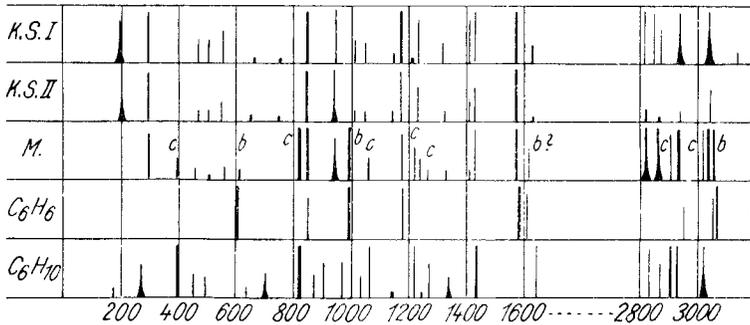


Fig. 1. Schwingungs-Spektren zu 1.3-Cyclohexadien.

Der Vergleich des Befundes von Murray zeigt, daß sein Spektrum in den Hauptlinien mit unserem übereinstimmen würde, wenn die mit b bzw. c bezeichneten Linien nicht vorhanden wären. Dies sind nun durchwegs Linien, die als die Hauptlinien von Benzol bzw. Cyclohexen bekannt sind; nämlich:

b: $\omega = 618$ (1)	995 (15)	1615 (3)	3056 (7)
Benzol: $\omega = 605$ (3)	992 (10)	1606 (3)	3060 (5)
c: $\omega = 394$ (2)	823 (1)	1060 (2)	1220 (3)
Cyclohexen: $\omega = 395$ (5)	825 (8)	1066 (6)	1220 (5)
		1269 (3)	1646 (6)
		2912 (6)	3024 (6b)

Obwohl die kräftige C:C-Frequenz des Cyclohexens in Murrays Spektrum nicht vorkommt, glauben wir aus dem Raman-Befund allein mit Sicherheit schließen zu dürfen, daß Murrays Präparat kein einheitlicher Körper war, sondern außer 1.3-Cyclohexadien auch Benzol und Cyclohexen enthielt.

Diese Schlußfolgerung bestätigt vollkommen die schon früher von chemischer Seite her gemachten Erfahrungen mit Präparaten, die so wie das von Murray untersuchte nach der von Crossley angegebenen Vorschrift her-

gestellt wurden. Crossley⁵⁾ und später auch Zelinsky-Gorsky⁶⁾ haben 1.3-Cyclohexadien durch Umsetzung des 1.2-Dibrom-cyclohexans mit Chinolin dargestellt. Bald nachher hat aber Harries⁷⁾ in einer nach diesen Verfahren gewonnenen Substanz die Anwesenheit von Cyclohexen nach zwei verschiedenen Methoden nachgewiesen: Einerseits wurde bei Bromierung des Präparates die Bildung von 1.2-Dibrom-cyclohexan festgestellt⁸⁾ und andererseits wurde bei der Spaltung der Ozonide der dem Cyclohexen entsprechende Adipindialdehyd gewonnen⁷⁾. Ferner haben Willstätter-Hatt⁹⁾ in einem Crossleyschen Präparat neben dem schon vorher von Zelinsky-Gorsky¹⁰⁾ beschriebenen Brom-cyclohexen auch eindeutig das Vorhandensein von Benzol nachgewiesen. Und endlich hat Crossley selbst in einer schriftlichen Mitteilung an Harries⁸⁾ die Nicht-Einheitlichkeit seines Präparates bestätigt.

Daß die von uns aufgenommenen Körper frei von Benzol und Cyclohexen sind, ist eindeutig daraus zu ersehen, daß in den Spektren von Präparat I und II auch nicht das kleinste Anzeichen für das Vorhandensein von Linien bei $\omega = 992$ bzw. $\omega = 925$ gefunden wurde, welche Frequenzen den intensivsten Linien von Benzol bzw. Cyclohexen entsprechen.

B) 1.4-Cyclohexadien. Die soeben besprochene Tatsache, daß erfahrungsgemäß ein einheitliches 1.3-Cyclohexadien durch Umsetzung von 1.2-Dibrom-cyclohexan mit Chinolin nicht erzielt werden kann, war der Grund, warum wir zur Darstellung des 1.4-Cyclohexadiens zunächst eine andere Methode versuchten, als die schon von Baeyer¹¹⁾ beschriebene Bromwasserstoff-Abspaltung aus 1.4-Dibrom-cyclohexan. Da auch Senderens¹²⁾ angibt, bei der Wasser-Abspaltung aus Chinit (1.4-Dioxy-cyclohexan) mit wenig Schwefelsäure ein Cyclohexadien-Gemisch erhalten zu haben, war anzunehmen, daß die direkte Bromwasserstoff-Abspaltung aus den 1.4-Dibrom-cyclohexanen wahrscheinlich nach beiden möglichen Richtungen stattfinden und zu einem Gemisch von 1.3- und 1.4-Cyclohexadien führen dürfte.

Wir haben daher vorerst zur Darstellung des letzteren Körpers eine über mehrere Zwischenstufen verlaufende Methode versucht, die sich insbesondere dem von R. Willstätter und seinen Mitarbeitern erprobten Verfahren zur Gewinnung ungesättigter cyclischer Verbindungen anschloß. (Vergl. z. B. die Darstellung von 1.3-Cyclohexadien⁴⁾). Dabei wurde das *cis*-1.4-Dibrom-cyclohexan (D) mit einer benzolischen Dimethyl-amin-Lösung zu dem entsprechenden 1-Dimethylamino-3-cyclohexen (E) umgesetzt, das in die quartäre Base F verwandelt wurde. Die Zersetzung dieser Base ergab jedoch einen Kohlenwasserstoff (Präparat III), dessen Hauptteil sich auf Grund sowohl seiner Konstanten, als seines Raman-Spektrums als reines 1.3-Cyclohexadien erwies; die Bildung des konjugierten Systemes der

⁵⁾ A. W. Crossley, *Proceed. chem. Soc. London* **20**, 160 [1904]; *C.* **1904**, II, 1736.

⁶⁾ N. Zelinsky, A. Gorsky, *B.* **41**, 2479 [1908], **44**, 2312 [1911].

⁷⁾ C. Harries, H. v. Splawa-Neyman, *B.* **42**, 693 [1909].

⁸⁾ C. Harries, *B.* **45**, 809 [1912].

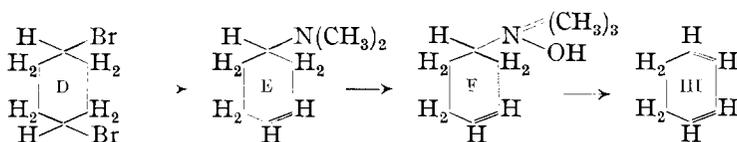
⁹⁾ R. Willstätter, D. Hatt, *B.* **45**, 1464 [1912].

¹⁰⁾ N. Zelinsky, A. Gorsky, *B.* **44**, 2312 [1911].

¹¹⁾ A. v. Baeyer, *A.* **278**, 94 [1894].

¹²⁾ J. B. Senderens, *Compt. rend. Acad. Sciences* **177**, 1183 [1923]; *C.* **1924**, I, 1367; **180**, 790 [1925]; *C.* **1925**, I, 2555.

Doppelbindungen wurde somit unter den von uns gewählten Bedingungen stark bevorzugt.



Die Konstanten von Präparat III waren: Sdp_{737} 78.4—79.8°; $d_4^{20} = 0.8410$; $n_D^{20} = 1.4740$; sie schließen sich den in Tabelle 1 angegebenen Werten für Präparat I und II an. Das Raman-Spektrum ist in Fig. 2 unter K. S. III in der zweiten Zeile dem Spektrum des Präparates I in der ersten Zeile gegenübergestellt. Die Spektren sind bis auf einige fehlende schwache Linien um 700 cm^{-1} und einige fehlende CH-Valenzfrequenzen identisch; doch waren die Aufnahmen an Präp. III insofern weniger gut, als sich bei Belichtung eine leichte Trübung der Substanz einstellte, die starken kontinuierlichen Untergrund im Streuspektrum zur Folge hatte.

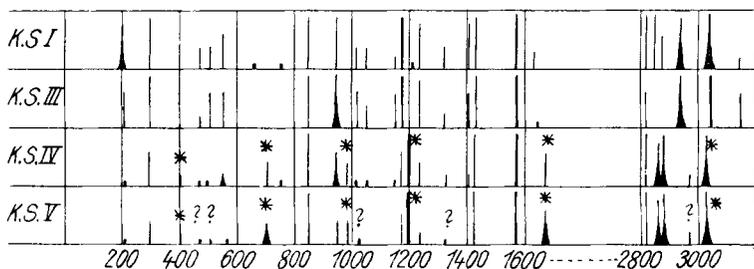


Fig. 2. Schwingungs-Spektren zu 1,4-Cyclohexadien.

Da diese unter möglichst milden Bedingungen versuchte Synthese nicht zum Ziele geführt hatte, wurde auf die Methode der Bromwasserstoff-Abspaltung aus *trans*-1,4-Dibrom-cyclohexan zurückgegriffen; Zelinsky-Gorsky¹³⁾ geben an, nach dieser Methode reines 1,4-Cyclohexadien dargestellt zu haben. Nun erhielten wir bei der Umsetzung von 3.5 Mol Chinolin auf je 1 Mol *trans*-1,4-Dibrom-cyclohexan zwar einen Kohlenwasserstoff (Präparat IV als 1. Fraktion, Präparat V als 2. Fraktion), dessen Konstanten nahe an die von Zelinsky-Gorsky für reines 1,4-Cyclohexadien angegebenen Werte herankamen:

Zelinsky-Gorsky	Sdp_{780} 85.5°	$d_4^{20} = 0.8471$	$n_D^{20} = 1.4729$
K. S. IV	Sdp_{738} 83.8—84.4°	$d_4^{20} = 0.8471$	$n_D^{20} = 1.4735$
K. S. V	Sdp_{734} 85.0—85.8°	$d_4^{20} = 0.8476$	$n_D^{20} = 1.4730$

Die Aufnahme der Raman-Spektren (Platte Nr. 1636 und 1637 mit $n = 64$ Streulinien auf schwachem Untergrund für Präparat IV und Platte Nr. 1645 und 1646 mit $n = 60$ Linien auf schwachem Untergrund für Präparat V) führt jedoch zur bestimmten Aussage, daß diese beiden Präparate keineswegs einheitliche Substanzen sind. Die Spektren sind in Fig. 2 in Zeile 3 und 4 eingetragen. Der Vergleich mit Zeile 2 oder 1 gestattet den Schluß, daß die Präparate IV und V vorwiegend 1,3-Cyclohexadien enthalten, daß aber noch ein zweiter Körper vorhanden ist, der in der 2. Fraktion etwas

¹³⁾ N. Zelinsky, A. Gorsky. B. 41, 2480 [1906].

stärker angereichert ist; ihm gehören die in Fig. 2 mit Stern bezeichneten Linien an mit den Frequenzen: $\omega = 400$ (1), 706 (2b), 987 (2), 1196 (6), 1676 (3), 3032 (6b); die letzte Frequenz ist infolge von Überlagerung mit $\omega = 3042$ (7) in 1.3-Cyclohexadien vermutlich zu hoch und dürfte in Wirklichkeit etwa 3020 sein. Die relative Intensität aller dieser Linien ist in Präparat V höher als in Präparat IV. Es handelt sich bei der zugehörigen Substanz nicht um Benzol (wegen Fehlens von $\omega = 3060$) oder Cyclohexen (wegen Fehlens von $\omega = 825 \text{ cm}^{-1}$); wohl aber dürfte es ein ungesättigter Körper sein, da $\omega = 1676$ höchstwahrscheinlich als C:C-Frequenz zu deuten ist.

Endlich sollen noch kurz die Ergebnisse der Bestimmung der Ultraviolett-Absorption herangezogen werden, die von Hrn. H. Conrad-Billroth ausgeführt wurden und über die er selbst an anderer Stelle ausführlicher berichtet wird: 1.3-Cyclohexadien (Präparat I) zeigt bei 38800 cm^{-1} ein gegenüber der Benzol-Absorptionsbande (bei 39250 cm^{-1}) außerordentlich (etwa um das zwanzigfache) verstärktes Absorptions-Maximum. Bei Präparat V ist das Maximum ein wenig nach rot verschoben, die Intensität stark (etwa auf die Hälfte) vermindert, die Bandenbreite merklich erhöht. Präparat I und Präparat V haben somit nicht die gleiche Ultraviolett-Absorption.

Zusammengefaßt ergibt sich also: Ein nach der Chinolin-Methode aus *trans*-1.4-Dibrom-cyclohexan hergestellter Kohlenwasserstoff (Präparat V) zeigt in Bezug auf Kochpunkt, Dichte, Refraktion annähernd die gleichen Eigenschaften, wie die von Zelinsky-Gorsky nach dem gleichen Verfahren gewonnene und beschriebene Substanz. Das Ultraviolett-Absorptions-Spektrum unseres Präparates V ist nicht identisch mit dem von 1.3-Cyclohexadien, während Zelinsky-Gorsky¹⁰⁾ diesbezüglich keinen Unterschied finden. Das Raman-Spektrum läßt den eindeutigen Schluß zu, daß Präparat V nicht einheitlich ist und neben 1.3-Cyclohexadien einen Körper enthält, der höchstwahrscheinlich C:C-Doppelbindungen besitzt, aber weder Benzol noch Cyclohexen ist. Zelinsky-Gorsky dagegen schließen, daß ihr Präparat einheitliches 1.4-Cyclohexadien sei.

Man könnte vielleicht einwenden, daß ein Großteil der soeben geschilderten Widersprüche eine Erklärung darin finden könnte, daß eben 1.3- und 1.4-Cyclohexadien sowohl gleiches Absorptions-Spektrum als Raman-Spektrum besitzen; daß Präparat IV und V daher im wesentlichen 1.4-Cyclohexadien seien, verunreinigt durch irgendeinen Körper, der sich unter unseren Arbeits-Bedingungen gebildet habe, der aber bei Zelinsky-Gorsky nicht aufgetreten ist oder herausfraktioniert wurde. Wenn es schon ziemlich unwahrscheinlich ist, daß zwei Körper wie 1.3- und 1.4-Cyclohexadien identisch gleiche Ultraviolett-Absorption aufweisen, so ist es nach allen bisherigen Erfahrungen, die sich auf etwa 2000 Molekül-Formen erstrecken, nahezu auszuschließen, daß das Raman- (Schwingungs-) Spektrum identisch sein werde; die Symmetrie-Eigenschaften der beiden Körper sind ja völlig verschieden.

Als vorläufige Arbeitshypothese stellen wir uns daher vor: Der in Präparat IV und V neben 1.3-Cyclohexadien gefundene ungesättigte Körper ist entsprechend der weiter oben im Anschluß an den Befund von Sendrens¹²⁾ geäußerten Vermutung 1.4-Cyclohexadien, dem ein eigenes Schwingungs- und Absorptions-Spektrum zukommt. Zelinsky-Gorsky dürften, obwohl sie das Auftreten von 1.3-Cyclohexadien überhaupt nicht erwähnen, Arbeits-Bedingungen gefunden haben, unter denen die Isolierung des 1.4-Cyclohexadiens bei der fraktionierten Destillation von vielleicht großen

Mengen dieser kostspieligen Kohlenwasserstoffe gelingt. Die angebliche Identität des Absorptions-Spektrums des so erhaltenen 1.4-Körpers mit dem 1.3-Körper ist wohl auf die seinerzeit noch zu wenig gut ausgebildete Meß-Technik zurückzuführen.

Dieser Arbeitshypothese entsprechend sind derzeit Versuche im Gange, den durch die neuen Frequenzen in Präparat IV und V nachgewiesenen Stoff anzureichern und möglichst eindeutig zu charakterisieren, wobei wir uns gerne einerseits die Trennung über die Bromide und andererseits Trennungs-Versuche über die Anlagerungs-Produkte mit Maleinsäure-anhydrid zur weiteren Untersuchung vorbehalten möchten.

Hrn. cand. chem. Franz Huber haben wir für die Ausführung der präparativen Arbeiten zu danken. Und weiter möchten wir nicht versäumen den Deutschen Hydrierwerken in Rodleben unsern besten Dank auszusprechen; ohne die freundliche Überlassung namhafter Mengen von 1.4-Dioxy-cyclohexan wären wir nicht in der Lage gewesen, die unter (B) beschriebenen Untersuchungen durchzuführen.

109. H. Erlbach: *d*-Glucosaccharonsäure, IV. Mitteil.¹⁾: Die Aufspaltung zu Verbindungen der C₄-Reihe.

[Aus d. Chem. Institut d. Universität Berlin.]

(Eingegangen am 14. Februar 1935.)

Für den Strukturbeweis der *d*-Glucosaccharonsäure (I) war es erwünscht, die Doppelbindung zwischen den C-Atomen 2 und 3 unter Bildung von Oxalsäure und *d*-Erythrose oder deren Derivaten aufzusprengen. Über dahinzielende Versuche soll im folgenden berichtet werden.

Bei der Einwirkung von Alkalien auf das Natriumsalz von I stellte ich ein allmähliches Verschwinden des Jod-Reduktionsvermögens fest, ohne daß die Drehung sich änderte. Ein Mol. Oxalsäure wurde dabei abgespalten, die Identifizierung des anderen Molekülteiles gelang jedoch nicht. Die Reaktion ist kein Zerfall durch die Alkali-Wirkung allein, denn der Jod-Verbrauch nimmt nur ab, wenn die Lösung mit Luft in Berührung ist; Katalysatoren wie Eisenchlorid oder Kupferacetat bewirken eine Beschleunigung. Ähnliche Zerfallerscheinungen bedingen wohl auch die Zersetzlichkeit des Chininsalzes von I, besonders leicht wirken mehrwertige Ionen. Es gelingt z. B. nur unter besonderen Bedingungen (Bleisalz²⁾) oder gar nicht (Erdalkalisalze), einheitliche Verbindungen zu isolieren.

Die gewünschte Aufspaltung gelang dagegen leicht auf anderem Wege. I reagiert, wie bereits in der III. Mitteil. erwähnt wurde, mit Diazoniumsalzen. Die Umsetzung geht leicht in wäßrig-mineralsaurer Lösung mit quantitativer Ausbeute vor sich. Die mit Benzoldiazoniumchlorid erhaltene Verbindung ist gut kristallisiert und hat die Zusammensetzung C₁₂H₁₂O₆N₂, ist also aus je einem Mol. I und Diazo-Verbindung entstanden.

Für die Aufklärung ihrer Struktur als 2-[Phenylhydrazino-oxaly]-*d*-erythronsäure-lacton (II) sind folgende Eigenschaften und Reaktionen

¹⁾ III. Mitteil. H. Ohle, B. 67, 1750 [1934].

²⁾ B. 67, 331 [1934].