

### 315. Fritz Arndt und Fritz Neumann: Zur Arbeitsweise bei der Methoxybestimmung.

[Aus d. Chem. Institut d. Universität Istanbul u. d. Hygien. Institut d. Universität Berlin.]

(Eingegangen am 14. Juli 1937.)

Für die Methoxybestimmung bei hochmethylierten Kohlenhydraten empfahl kürzlich der eine von uns<sup>1)</sup>, die Substanz mit Jodwasserstoffsäure (*d* 1.7) zunächst 30 Min. bei niedriger Temperatur zu behandeln und erst dann im Verlaufe von weiteren 30 Min. die Temperatur auf die übliche von  $\sim 140^\circ$  zu steigern. Kurz vorher ist von dem anderen von uns an schwer zugänglicher Stelle<sup>2)</sup> für die Methoxybestimmung an hitzeempfindlichen Nitronsäure-estern dasselbe Verfahren empfohlen worden (30 Min. Raumtemperatur vor dem Erwärmen), da anderenfalls die thermische Zersetzung dieser Ester, die bei  $70\text{--}90^\circ$  in stürmischer Reaktion unter Abspaltung von Formaldehyd verläuft, der Methyljodid liefernden Verseifung zuvorkommt.

Da sich somit unsere Arbeitsweise in beiden Fällen bei Substanzen ganz verschiedenen Charakters bewährt hat, dürfte sie sich nunmehr allgemein für alle Stoffe empfehlen, deren Verhalten in der Hitze oder gegen starke Säure man nicht kennt.

<sup>1)</sup> Fritz Neumann, B. **70**, 734 [1937].

<sup>2)</sup> Fritz Arndt, Lotte Loewe u. Hilmi Işık, Revue de la Faculté des Sciences de l'Université d'Istanbul, Bd. II, S. 140 (Januar 1937).

### 316. John Lee: Bemerkung zu der Arbeit von Hans Ruhkopf: Über einige neue Abkömmlinge des Cyclotetramethylen-pyrazols usw.

[Aus d. Scientific Department Hoffmann-La Roche, Inc., Nutley, New Jersey, U.S.A.]

(Eingegangen am 5. Juli 1937.)

Der Inhalt des oben erwähnten Artikels<sup>1)</sup> ist zum Teil identisch mit der Arbeit von John Lee und W. G. Christiansen „The preparation and physiological properties of some 2-phenyl-4,5,6,7-tetrahydro-indazolones“<sup>2)</sup>. Das von Ruhkopf beschriebene 1-Phenyl-2-methyl-3,4-cyclotetramethylen-pyrazolon-(5) und die entsprechende 2-Äthyl-Verbindung sowie verschiedene andere substituierte Derivate sind dort schon beschrieben worden. Die Ergebnisse von Lee und Christiansen wurden 1934 auf der Jahresversammlung der American Pharmaceutical Association vorgetragen; die Arbeit selbst war schon Anfang 1931 beendet.

<sup>1)</sup> B. **70**, 939 [1937].

<sup>2)</sup> Journ. Amer. pharmac. Ass. **25**, 691 [1936].

### 317. Hans Ruhkopf: Entgegnung zu vorstehender Bemerkung von John Lee.

[Aus d. wissenschaftl. Laborat. d. Fa. P. Beiersdorf & Co., A.-G., Hamburg.]

(Eingegangen am 21. Juli 1937.)

In meiner Arbeit<sup>1)</sup> wurden im Teil A vier, im Teil B fünf neue Substanzen beschrieben. Die Veröffentlichung von Lee und Christiansen<sup>2)</sup> war mir damals unbekannt; es wäre sonst gebührend erwähnt worden, daß diese Autoren zwei der von mir im Teil A beschriebenen Substanzen bereits dargestellt hatten.

<sup>1)</sup> B. **70**, 939 [1937].

<sup>2)</sup> Journ. Amer. pharmac. Ass. **25**, 691 [1936].