

Lösungsmittel als Hauptreaktion, so ist eine, um mindestens eine Zehnerpotenz höhere, Verdünnung notwendig als in wässrigen Alkoholen unter vergleichbaren Bedingungen. Die Ringschlussreaktion wird also in wässrigen Alkoholen durch das Lösungsmittel spezifisch begünstigt.

7. Die Genauigkeit der Ringschlusskonstanten wird beschrieben und dann ein erster Vergleich der relativen Bildungsgeschwindigkeiten in Abhängigkeit von der Kettenlänge durchgeführt.

Die Grössenordnung der Temperaturfunktion der Ringschlussreaktionen wird aus den kinetischen Daten abgeleitet.

8. Von *M. Stoll* und Mitarbeitern wurden Lactone aus Oxy-säuren dargestellt. Der richtig durchgeführte Vergleich, der von den Autoren mitgeteilten Ausbeutebestimmungen lehrt, dass die als Neben- oder Hauptprodukte gebildeten Poly-ester auf verschiedenen Reaktionswegen entstehen: Durch Polymerisation der Oxysäuren und durch nachträgliche Polymerisation der zunächst gebildeten Lactone. Daher sind die von den Autoren durchgeführten Ausbeutevergleiche nur für die Zugänglichkeit, nicht aber für die Bildungsleichtigkeit der Lactone eindeutig charakteristisch. Der Versuch der Autoren, aus vereinzelt mitgeteilten Ausbeutebestimmungen bei gegebener Anfangskonzentration Geschwindigkeitskonstanten, unter Anwendung von Differentialgleichungen, zu berechnen, beruht auf Verstössen gegen Axiome und Definitionen der chemischen Kinetik.

Zürich, Organisch-chemisches Laboratorium  
der Eidg. Techn. Hochschule.

---

## 96. Darstellung der Phenyl-d<sub>5</sub>-carbonsäure

von *H. Erlenmeyer*, *H. Lobeck* und *A. Epprecht*.

(28. V. 36.)

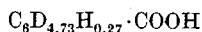
Da nach den vorangegangenen Untersuchungen<sup>1)</sup> die Synthese der Benzoesäure aus Benzol-d<sub>6</sub> mit Hilfe einer *Friedel-Crafts*'schen Reaktion in Gegenwart von Aluminiumchlorid stets von einem Austausch der D-Atome des Benzols-d<sub>6</sub> mit H-Atomen der benutzten Reagentien begleitet ist, haben wir nunmehr die Synthese, ausgehend von Phenyl-d<sub>5</sub>-magnesiumbromid durch Reaktion mit Kohlendioxyd ausgeführt.

Brombenzol-d<sub>5</sub> liess sich mit einer Ausbeute von 83,5% aus Benzol-d<sub>6</sub> und Brom in Gegenwart von frischen Eisenspänen gewinnen. Aus 2,3 g Brombenzol-d<sub>5</sub> und 0,35 g Magnesium wurde in

<sup>1)</sup> Helv. 19, 336, 546 (1936).

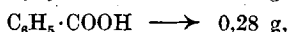
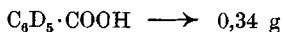
Äther das Phenyl-d<sub>5</sub>-magnesiumbromid<sup>1)</sup> hergestellt und unter Kühlung Kohlendioxyd eingeleitet. Nach der Zersetzung des Reaktionsproduktes wurde aus der salzsauren Lösung die entstandene Phenylcarbonsäure mit Äther aufgenommen. Die Säure wurde zur Reinigung aus Wasser umkrystallisiert und im Vakuum sublimiert.

Zur Isotopenanalyse wurden 0,1003 g Substanz verbrannt und 0,03734 g D<sub>2</sub>O gefunden, woraus sich berechnet  $x = 4,73$ . Dieser Wert ergibt als Formel der Säure:



Der Schmelzpunkt der Säure wurde zu 120,9<sup>o</sup> gefunden (121,7<sup>o</sup> für C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COOH).

Wir bestimmten noch die Löslichkeit in Wasser und fanden, dass eine bei 18<sup>o</sup> gesättigte Lösung in 5 cm<sup>3</sup> 0,017 g C<sub>6</sub>D<sub>5</sub>COOH enthält (5 cm<sup>3</sup> verbrauchen 6,61; 6,615 cm<sup>3</sup> 0,02-n. NaOH-Lösung). Eine entsprechende Messung mit Benzoesäure ergab bei 18<sup>o</sup> in 5 cm<sup>3</sup> 0,014 g C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COOH (5 cm<sup>3</sup> verbrauchen 5,72; 5,72 cm<sup>3</sup> 0,02-n.-Lösung). Es berechnet sich hieraus für die Löslichkeit in 100 cm<sup>3</sup> bei 18<sup>o</sup>



d. h. die Phenyl-d<sub>5</sub>-carbonsäure ist 1,21 mal leichter löslich in Wasser von 18<sup>o</sup> als Benzoesäure. Wir hoffen, in einer späteren Mitteilung über weitere, vergleichende Messungen berichten zu können.

Basel, Anstalt für anorganische Chemie.

---

## 97. Régulateur de pression pour vide partiel

par E. Cherbuliez.

(29. V. 36.)

Le dispositif représenté dans la figure 1 permet de maintenir un vide partiel, réglable à volonté, compris entre la pression atmosphérique et le vide d'une trompe à eau. La construction de cet appareil peut être réalisée facilement à l'aide du matériel courant; il suffit de savoir faire un tube en T. L'appareil s'est montré très utile, par exemple dans la récupération, à basse température, de dissolvants qui ne sont plus condensés dans le vide de la trompe à eau (alcool méthylique, acétone).

---

<sup>1)</sup> Siehe Organic Syntheses, Sammelband 1, 221, 353 (1932).