

propionsäure und *d*(—)-Alanin dargestellt (z. B. 9 g *l*(—)- α -Brompropionsäure, 5,5 g *l*(+)-Alanin, 225 cm³ n. Natronlauge, 4 Tage bei 37° gehalten; Aufarbeitung des Ansatzes wie in Beispiel 1).

Die Meso- α , α' -imino-dipropionsäure schmilzt bei langsamem Erhitzen bei ca. 232—233° unter Gasentwicklung. Sie ist optisch inaktiv; die *Walden*'sche Umkehrung bei der Kondensation der optisch aktiven α -Brompropionsäuren mit den optisch aktiven Alaninen ist somit eine vollkommene.

$C_6H_{11}O_4N$	Ber. C 44,69	H 6,87%
	Gef. „ 44,53	„ 7,06%.

Zürich, Chemisches Institut der Universität.

67. Etude critique des réactifs qualitatifs des cations.

5. Réactifs des cations du rhénium et de l'anion perrhénique

par Paul Wenger et Roger Duckert.

(2. IV. 42.)

Poursuivant nos études sur les réactifs analytiques destinées au prochain rapport de la « Commission Internationale des Réactions et Réactifs Analytiques Nouveaux » de l'« Union Internationale de Chimie », nous donnons aujourd'hui les résultats de nos études sur l'élément rhénium.

Nous avons mis au point simultanément l'identification de l'anion perrhénique ($ReO_4(I)$) et du cation rhénium ($Re(III)$), car ces deux formes ioniques sont également importantes; une simple réduction (zinc et acide chlorhydrique, ou chlorure d'étain(II)) permet d'ailleurs de passer du rhénium heptavalent au rhénium trivalent.

Les mêmes principes, exposés précédemment¹⁾, nous ont conduits dans le choix des réactifs; c'est pourquoi nous n'y revenons pas ici.

1) Réactifs des ions du rhénium dont nous ne recommandons pas l'emploi.

Nous énumérons ci-dessous tous les réactifs que nous avons décidé d'écarter au cours de nos recherches; ils sont groupés en catégories définies par leur défaut caractéristique.

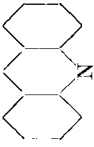
¹⁾ Etude sur le cobalt, *Helv.* **24**, 657 (1941); étude sur le nickel, *Helv.* **24**, 889 (1941); étude sur le manganèse, *Helv.* **24**, 1143 (1941); étude sur le zinc, *Helv.* **25**, 406 (1942).

Réactifs de sensibilité et de spécificité insuffisantes.

N ^o	Réactifs	Auteurs	Pas sensibles	Trop généraux	Réactions semblables avec les éléments accompagnants (Mo, W...)	Réactifs positifs mais de moindre intérêt que ceux retenus
ReO ₄ '1*	Nitrate de mercure(I), nitrate de thallium(I) . . .	<i>G. Heyne et K. Moers</i>	+	+		
ReO ₄ '3	Nitrate de thallium(I), nitrate d'argent	<i>W. Geilmann et K. Brünger</i> . . .	+	+		
ReO ₄ '6	Bruceine	<i>G. Heyne et K. Moers</i>	+			
ReO ₄ '7	Nitron	<i>W. Geilmann et K. Brünger</i> . . .			+	+
ReO ₄ '8	Stryehnine	<i>W. Geilmann et K. Brünger</i> . . .	+			
ReO ₄ '9	Vératine	<i>G. Heyne et K. Moers</i>	+			
ReO ₄ '13	Acide iodhydrique + iodure de potassium (ou chlorure de rubidium, de césium)	<i>E. Kronmann et N. Berkmann</i> . .			+	+
ReO ₄ '16	Bleu de méthylène	<i>W. Geilmann et K. Brünger</i> . . .			+	+
Re(III), ReO ₄ '18	Acétate de nitron + sulfure de sodium + chlorure de titane(III)	<i>E. Kronmann et V. Bibikova</i> . . .			+	+
Re(III), ReO ₄ '24	Thiocyanate de potassium + chlorure d'étain(II)	<i>W. Geilmann, Fr. W. Wrigge et F. Weibke</i>			+	+
Re(III), ReO ₄ '25	Hexacyanoferrate(II) tétrapotassique + chlorure d'étain(II)	<i>B. Tougarinov</i>	+	+		
ReO ₄ '28	Hydroquinone	<i>G. Heyne et K. Moers</i>	+			
Re(III), ReO ₄ '30	Cacothéline + zinc + acide chlorhydrique	<i>G. Beck</i>	+		+	

*) Ces numéros sont ceux adoptés dans le premier rapport de la « Commission des Réactifs » (1936).

2. Réactifs des ions du rhénium dont nous recommandons l'emploi.

N°	Réactifs	Bibliographie	Caractéristiques de la réaction	Limite de perceptibilité	Limite de dilution	Spécificité
1. Microscope (M).						
ReO ₄ ' 2	<i>Chlorure de potassium.</i> KCl	1, 2	III* 20° ↓ w	7 [M] ^{0,01}	1 : 1 500	○ : + + + + cat.
	<i>Chlorure de césium</i> ou chlorure de rubidium (RbCl) Sels solides	1, 2	III 20° ↓ w	0,25 [M] ^{0,01}	1 : 40 000	○ : + + + + cat.
ReO ₄ ' 17	<i>Bases hétérocycliques: acridine</i>  <i>Chlorhydrate solide (ou en solution dans H₂O)</i>	1, 2	III 20° ↓ □ j	0,16 [M] ^{0,01}	1 : 60 000	○ : Zn * : Co, Fe

*) Voir les signes conventionnels et les abréviations à la fin de l'article.

N°	Réactifs	Bibliographie	Caractéristiques de la réaction	Limite de perceptibilité	Limite de dilution	Spécificité
2. Godet (plaque de touche) (A).						
Re(III), ReO ₄ ' 21	Chlorure d'étain(II) + tellurate de sodium SnCl ₂ + Na ₂ TeO ₄ Chlorure d'étain: sol. à 40 % dans HCl concentré. — Tellurate de sodium: sol. à 1 % dans H ₂ O	3,4	II—III* (HCl) 20° ↓ n	0,015[A] ^{0,03}	1:2 000 000	○: Mo (+ ac. tart. n.○) *: Ag, Au, Pt Se (IV) Te (IV) Hg (I) Hg (II)
Re(III), ReO ₄ ' 29	Diméthylglyoxime + chlorure d'étain(II) CH ₃ -C=NOH CH ₃ -C=NOH + SnCl ₂ Diméthylglyoxime: sol. saturée dans C ₂ H ₅ OH. — Chlorure d'étain: sol. à 20 % dans HCl concentré	5	I—II (HCl) 20° □ r	50 [A] ²	1:40 000	n.○: Mo, Ni *: Wo ₄ '

*) Voir les signes conventionnels et les abréviations à la fin de l'article.

N°	Réactifs	Bibliographique	Carac- téristiques de la réaction	Limite de percep- tibilité	Limite de dilution	Spécificité
3. Touche sur papier filtre (B).						
Re(III), ReO ₄ . 21	<i>Chlorure d'étain(II) + tellurate de sodium</i> SnCl ₂ + Na ₂ TeO ₄ Chlorure d'étain: sol. à 40 % dans HCl concentré. — Tellurate de sodium: sol. à 1 % dans H ₂ O	3,4	II—III* (HCl) 20° ↓ n	0,01 [B] ^{10,03}	1:3 000 000	○: Mo (+ ac. tart. n.○) *: Ag, Au, Pt, Se (IV) Te(IV), Hg(I) Hg(II)
4. Micro- et macroépreuves (C et D).						
Re(III), ReO ₄ . 21	<i>Chlorure d'étain(II) + tellurate de sodium</i> SnCl ₂ + Na ₂ TeO ₄ Chlorure d'étain: sol. à 40 % dans HCl concentré. — Tellurate de sodium: sol. à 1 % dans H ₂ O	3,4	II—III(HCl) 20° ↓ n	0,01 [C] ¹ 0,01 [D] ¹⁰	1:10 000 000 1:100 000 000	○: Mo (+ ac. tart. n.○) *: Ag, Au, Pt, Se (IV) Te(IV), Hg(I) Hg(II)
Re(III), ReO ₄ . 29	<i>Diméthylglyoxime + chlorure d'étain(II)</i> $\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{C}=\text{NOH} \\ \\ \text{CH}_3-\text{C}=\text{NOH} \end{array} + \text{SnCl}_2$ Diméthylglyoxime: sol. saturée dans C ₂ H ₅ OH. — Chlorure d'étain: sol. à 20 % dans HCl concentré	5	I—II (HCl) 20° □ r	50 [D] ⁵	1:100 000	n.○: Mo, Ni *: W ₆ ''

*) Voir les signes conventionnels et les abréviations à la fin de l'article.

ABRÉVIATIONS

(Adoptées par la « Commission Internationale des Réactifs ».)

A: godet	I: fortement acide
B: papier filtre	II: acide
C: micro-éprouvette	III: neutre
D: macro-éprouvette	IV: alcalin
El: électrographie (empreinte)	V: fortement alcalin
M: microscope	20°: température à laquelle doit être faite la réaction
↓: précipité	□: coloration
w: blanc	v: violet
n: noir	j: jaune
bl: bleu	br: brun
r: rouge	or: orange
gr: vert	w/n: gris

exemple: ↓□ r = précipité rouge

○: réaction identique

n. ○: ne réagit pas (permet de discriminer)

*: gêne la réaction

n. *: réagit, mais sans amener de perturbation

++ cat. = un grand nombre de cations

0,3[A]^{0,03} (symbole de *Feigl*) = sur la plaque de touche, on peut distinguer 0,3 μg (γ) de l'élément dans un volume de 0,03 ml (cm³)

1:100 000 = limite de dilution

BIBLIOGRAPHIE.

- 1) *W. Geilmann et K. Brünner*, Z. anorg. Ch. **199**, 78 (1931).
- 2) *W. Geilmann et Fr. W. Wrigge*, Z. anorg. Ch. **231**, 66 (1937).
- 3) *N. S. Poluektow*, Shur. Priklad. Khim. **9**, 2312 (1936); Abstr. **1937**, 4617.
- 4) *N. S. Poluektow*, Shur. Priklad. Khim. **11**, 534 (1938); C. **1939**, I, 1811.
- 5) *B. Tougarinow*, Bull. Soc. chim. Belg. **43**, 111 (1934); C. **1934**, II, 1499.

Genève, Laboratoire de Chimie analytique et de Microchimie de l'Université.

68. Über die Herstellung einiger mit der Synthese des Zibetons zusammenhängender Dicarbonsäuren.

(1. Mitteilung).

Herstellung der cis- und trans-Eikosen-(10)-disäure-(1,20)

von **L. Ruzicka**, **Pl. A. Plattner** und **W. Widmer**.

(2. IV. 42.)

Die Herstellung ungesättigter vielgliedriger Ringe ist aus manchen Gründen von Interesse. Wir haben deshalb schon vor längerer Zeit die Synthese solcher Verbindungen nach zwei verschiedenen Methoden in Angriff genommen. Einerseits wurden in gesättigte Ringverbindungen durch geeignete Reaktionen die doppelte und die