

Zur Kenntnis von Harzbestandteilen

Zweite Mitteilung:

Über Bestandteile der Sumatrabenzoe

Von

Hans Lieb und Alois Zinke

Aus dem Medizinisch-chemischen und dem Chemischen Institut der
Universität Graz

(Vorgelegt in der Sitzung am 10. Jänner 1918)

In unserer ersten Mitteilung¹ über das Siaresinol aus Siambenzoe konnten wir zeigen, daß dieser Verbindung die Formel $C_{30}H_{48}O_4$ zukommt. Wir sprachen die Vermutung aus, daß das von Lüdy aus der Siambenzoe isolierte Benzoresinol² mit dem Siaresinol Reinitzer's³ identisch sei. Da Lüdy behauptet, daß das von ihm aus der Sumatrabenzoe isolierte Resinol⁴ auch mit dem von ihm aus der Siambenzoe dargestellten identisch ist, waren wir, um eine sichere Entscheidung fällen zu können, bemüsst, auch die Sumatrabenzoe in den Kreis unserer Untersuchungen zu ziehen.

Obwohl wir bei der Aufarbeitung des Sumatrabenzoeharzes im wesentlichen nach den Vorschriften Lüdy's arbeiteten, zeigten sich hierbei schon bedeutende Unterschiede gegenüber dem Verhalten bei der Isolierung des Resinols aus der Siambenzoe. Während nämlich diese in heißer, verdünnter Natron-

¹ Mon. f. Ch., 1918.

² Arch. d. Pharm., 231, 461 (1893).

³ Ibidem, 252, 341 (1914).

⁴ Ibidem, 231, 43 (1893).

lauge nicht vollständig löslich ist, sondern das Siaresinol als Natriumsalz ungelöst bleibt, löst sich die Sumatrabenzoe bis auf die holzigen Verunreinigungen vollständig auf. Bei einstündigem Kochen der filtrierten alkalischen Lösung scheiden sich allmählich weiße Nadeln ab, die sich als die Natriumverbindung eines neuen, von Lüdy nicht aufgefundenen Resinols erwiesen. Da diese Verbindung und ihr Natriumsalz die Ebene des polarisierten Lichtstrahles nach links drehen, nennen wir sie *l*-Benzoresinol.

Beim Versetzen der alkalischen Mutterlauge mit wenig Äther (nach Lüdy's Vorschrift) scheidet sich ein zweites, krystallisiertes Natriumsalz einer Verbindung ab, die in ihren Eigenschaften mit Ausnahme des Schmelzpunktes und der Zusammensetzung mit Lüdy's Benzoresinol übereinstimmt. Da diese Verbindung sich als rechtsdrehend erwies und ihr auch, wie wir weiter unten zeigen, eine andere Formel zukommt, bezeichnen wir sie als *d*-Sumaresinol.

Lüdy stellt für sein Benzoresinol, das nach ihm bei 274° unter weit früherem Sintern schmilzt, die Molekularformel $C_{16}H_{26}O_2$ auf. Er beschreibt einen Methyl-, Äthyl- und Isobutyläther, sowie ein durch Wasser leicht hydrolysierbares, krystallisiertes Kaliumsalz. Das freie Resinol ist nach Lüdy leicht löslich in Natronlauge, Kalilauge, Ammoniak und in den meisten organischen Lösungsmitteln. Die Lösungsfarbe in konzentrierter Schwefelsäure ist karminrot.

Das von uns analog erhaltene *d*-Sumaresinol löst sich übereinstimmend mit Lüdy's Verbindung leicht in verdünnten, heißen Lösungen von Natronlauge, Kalilauge, Natriumcarbonat, Ammoniak, sowie in den meisten organischen Lösungsmitteln. Es krystallisiert auch aus verdünntem Methylalkohol, Äthylalkohol und Aceton in Nadelbüscheln. Abweichend ermittelten wir den Schmelzpunkt der reinen Verbindung mit 298° bis 299° (unkorr.). Zahlreiche Analysen sowie Molekulargewichtsbestimmungen des freien *d*-Sumaresinols, wie auch von Derivaten desselben lassen es unzweifelhaft erscheinen, daß dieser Verbindung die Formel $C_{30}H_{48}O_4$ zukommt. Die Lösungsfarbe in konzentrierter Schwefelsäure ist orangerot. Trotz dieser abweichenden Eigenschaften sind wir überzeugt, daß Lüdy's

Benzoresinol im wesentlichen identisch ist mit unserem *d*-Sumaresinol, jedoch dürfte seine Verbindung, wie wir weiter unten darlegen werden, verunreinigt gewesen sein durch das von uns aufgefundene *l*-Benzoresinol.

Unser *d*-Sumaresinol hat dieselbe Zusammensetzung wie das Siarésinol aus der Siambenzoe, stimmt jedoch in seinen Eigenschaften, wie Schmelzpunkt, optisches Verhalten, Lösungsfarbe in konzentrierter Schwefelsäure und Löslichkeit der freien Verbindung, wie des Natriumsalzes, mit jenem nicht überein. Es ist deshalb als ein Isomeres des Siarésinols zu betrachten.

Das aus verdünntem Methylalkohol krystallisierte *d*-Sumaresinol enthält im lufttrockenen Zustand 1 Molekül Krystallwasser. Das Natriumsalz ist leicht hydrolysiert und deshalb nicht absolut rein zu erhalten. Wegen der leichteren Filtrierbarkeit verwendet man zum Umkrystallisieren des Natriumsalzes zweckmäßiger eine Natriumcarbonatlösung an Stelle der Natronlauge. Das Salz krystallisiert mit 4 Molekülen Krystallwasser.

Die von uns zur sicheren Festlegung der Formel dargestellten Methyl- und Äthyläther wurden über das in reinem Zustande nicht isolierte Silbersalz erhalten. Beide zeigen wesentlich höhere Schmelzpunkte als die entsprechenden Verbindungen Lüdy's und enthalten eine Alkoxygruppe. Aus Eisessig konnte das Resinol nicht krystallisiert erhalten werden.

Aus Mangel an Ausgangsmaterial konnten wir das *l*-Benzoresinol noch nicht mit der gewünschten Genauigkeit studieren. Es war uns weder möglich, die freie Verbindung krystallisiert zu erhalten, noch mit Ausnahme des Natriumsalzes analysenreine Derivate herzustellen. Einstweilen wollen wir deshalb unsere Angaben über die Zusammensetzung dieser Verbindung noch mit Vorbehalt wiedergeben. Aus den Analysen des krystallisierten, lufttrockenen und getrockneten Natriumsalzes, sowie aus den Analysen des amorphen, freien *l*-Benzoresinols erscheint die Formel $C_{29}H_{44}O_4$ wahrscheinlich. Der Schmelzpunkt des Resinols liegt bei 339 bis 341°. Das Natriumsalz zeigt schwache optische Linksdrehung und wird von kaltem und heißem Wasser nicht

gelöst. Die Lösungsfarbe in konzentrierter Schwefelsäure ist über gelb, orange, braunrot ein intensives Blutrot mit schwacher Fluoreszenz.

Mischt man *l*-Benzoeresinol mit *d*-Sumaresinol, so ist die Lösungsfarbe des Gemenges in konzentrierter Schwefelsäure rein karminrot, also dieselbe Farbe, wie sie Lüdy für sein Benzoeresinol angibt.

Ein weiterer Beweis dafür, daß Lüdy's Resinol ein Gemisch der zwei von uns gefundenen Resinole sein muß, ist die Tatsache, daß die Mischung letzterer sich bei der Schmelzpunktsbestimmung fast analog den Angaben Lüdy's verhält, nämlich Sintern von 260° an und Schmelzen um 280°. Die nicht volle Übereinstimmung ist dadurch erklärlich, daß ja das Mischungsverhältnis der beiden Resinole in unserem willkürlichen Gemenge nicht dasselbe sein muß wie in Lüdy's Benzoeresinol.

Über die Natur des Wasserstoffatoms, das die sauren Eigenschaften der beiden Resinole bedingt, sprechen wir dieselben Vermutungen aus wie beim Sioresinol.¹ Das saure Wasserstoffatom des *d*-Sumaresinols könnte auch wegen der leichten Löslichkeit in Sodalösung und in Ammoniak einer Carboxylgruppe angehören.

Die genauere Entscheidung dieser Frage behalten wir uns einer späteren Mitteilung vor. Wahrscheinlich wird sich auch eine Änderung in der Nomenklatur dieser Verbindungen als notwendig erweisen.

Schließlich möchten wir auf die Tatsache hinweisen, daß unter Harzbestandteilen öfters Verbindungen mit 30 C-Atomen vorkommen. Wir verweisen auf die Amyrine der Elemiharze² und auf die von uns jetzt festgestellte Zusammensetzung des Sioresinols und des *d*-Sumaresinols.

An dieser Stelle wollen wir noch besonders hervorheben, daß die rasche Durchführbarkeit und exakte Aufklärung der Zusammensetzung der beschriebenen Verbindungen, die nur durch zahlreiche Analysen möglich war, bei den geringen

¹ Mon. f. Ch., 1918.

² Biochemisches Handlexikon, Bd. 7, p. 727 bis 731.

Materialmengen, die uns zur Verfügung standen, ohne die vorzüglichen mikrochemischen Methoden Pregi's undurchführbar gewesen wäre.

Unsere Untersuchungen werden fortgesetzt.

Experimenteller Teil.

Darstellung der Natriumsalze des *l*-Benzoresinols und des *d*-Sumaresinols.

50 g gepulverte Sumatrabenzoe¹ wurden mit 250 *cm*³ Äther ausgekocht, wobei der größte Teil des Harzes in Lösung ging. Die filtrierte Lösung wurde eingedampft und der Rückstand in sechsprozentiger Natronlauge durch Behandeln am siedenden Wasserbade gelöst. Die alkalische Lösung wurde dann zum Sieden erhitzt. Während des Kochens scheidet sich das *l*-Benzoresinolnatrium in prismatischen Nadeln aus.² Nach einstündigem Kochen wurde heiß filtriert, das Salz mit sechsprozentiger Lauge und dann gut mit Wasser gewaschen.

Das nach dem völligen Erkalten mit etwas Äther versetzte alkalische Filtrat wurde längere Zeit stehen gelassen, wobei das Natriumsalz des *d*-Sumaresinols in feinen Nadeln auskristallisierte, die abfiltriert und gut mit sechsprozentiger Lauge gewaschen wurden.

l-Benzoresinolnatrium.

Das in kaltem Wasser unlösliche *l*-Benzoresinolnatrium wird durch siedendes Wasser, ohne gelöst zu werden, hydrolysiert, wobei das Wasser alkalische Reaktion annimmt. In Methyl- und Äthylalkohol ist das Salz leicht löslich, in Aceton auch beim Kochen nicht vollständig. Es kristallisiert aus kon-

¹ Zur Verwendung kam ein vor etwa 20 Jahren von Gebe & Co. in Dresden bezogenes Harz aus der Sammlung des botanischen Instituts der Technischen Hochschule in Graz. Für die Überlassung des jetzt nicht beschaffbaren Ausgangsmaterials sind wir Herrn Prof. Fr. Reinitzer zu größtem Dank verpflichtet.

² Zum selben Ergebnis kommt man, wenn das aus Natronlauge umgefällte und mit viel Wasser ausgekochte Rohharz direkt mit Natronlauge verarbeitet wird.

zentrierter, mit wenig Wasser versetzter alkoholischer Lösung in weißen Nadeln, die 10 Moleküle Krystallwasser enthalten.

Analysen des lufttrockenen Salzes:

1. 4·282 mg Substanz gaben 8·135 mg CO₂ und 3·63 mg H₂O.
2. 4·385 mg Substanz gaben 8·31 mg CO₂ und 3·52 mg H₂O.
3. 5·880 mg Substanz gaben 0·565 mg Natriumsulfat.
4. 5·618 mg Substanz verloren beim Trocknen im Vakuum bei 125° 1·473 mg H₂O.

In 100 Teilen:

	Gefunden		Berechnet für
	1	2	C ₂₉ H ₄₃ O ₄ Na + 10 H ₂ O (658·5)
C	51·81	51·68	52·85
H	9·49	8·98	9·64
Na	3·11	—	3·49
H ₂ O	26·22	—	27·35

Analyse der getrockneten (äußerst hygroskopischen) Substanz:

4·145 mg Substanz gaben 10·99 mg CO₂ und 3·30 mg H₂O.

In 100 Teilen:

	Gefunden		Berechnet für
			C ₂₉ H ₄₃ O ₄ Na (478·3)
C	72·31		72·76
H	8·91		9·06

Bestimmung der spezifischen Drehung im Mikropolarisationsapparat nach Emil Fischer:

Lösungsmittel: abs. Äthylalkohol.

$$\begin{aligned}
 p &= 2\cdot014 & \alpha_D^{90} &= -0\cdot15^\circ \\
 d &= 0\cdot7993 & [\alpha]_D^{90} &= -9\cdot32^\circ \\
 c &= 1\cdot610 \\
 l &= 100 \text{ mm}
 \end{aligned}$$

l-Benzoeresinol.

Zur Darstellung des freien *l*-Benzoeresinols fällt man die alkoholische Lösung seines Salzes mit verdünnter Salzsäure, wobei sich die Verbindung als weiße Gallerte abscheidet. Um sie filtrierbar zu machen, erwärmt man kurze Zeit am siedenden

Wasserbade, wobei sie sich zu Flocken zusammenballt. Das gut mit Wasser gewaschene, bei 110° getrocknete *l*-Benzoresinol ist ein weißes Pulver, das bei 339 bis 341° (unkorr.) schmilzt, indem es bei 329° zusammensintert und sich braun färbt. Es ist in den meisten organischen Lösungsmitteln schwer löslich. In Methyl- und Äthylalkohol löst es sich langsam auf, indem es vorher aufquillt. In Alkalien ist es unlöslich. In konzentrierter Schwefelsäure löst es sich in der Kälte gelb, beim schwachen Erwärmen schlägt die Farbe zuerst in ein intensives Braunrot mit schmutziggrüner Fluoreszenz, dann in Blutrot um. Bei der Liebermann'schen Cholestolprobe färbt sich die Schwefelsäure beim Zutropfen vorübergehend violett. Beim Umschütteln wird die Flüssigkeit grün, bei weiterem Zusatz von Schwefelsäure braunrot. Bei der Salkowsky-Hesse'schen Probe färbt sich die Schwefelsäure zuerst orange-gelb, dann blutrot mit gelbgrüner Fluoreszenz, das Chloroform bleibt fast farblos. Beim Eindunsten einer methylalkoholischen Lösung in der Eprouvette wurde die Substanz einmal in sehr geringer Menge krystallisiert erhalten.

Analysen der bei 130° im Vakuum getrockneten, amorphen Substanz:

1. 3·957 mg Substanz gaben 11·06 mg CO₂ und 3·32 mg H₂O.
2. 4·206 mg Substanz gaben 11·755 mg CO₂ und 3·64 mg H₂O.
3. 4·070 mg Substanz gaben 11·38 mg CO₂ und 3·50 mg H₂O.

In 100 Teilen:

	Gefunden			Berechnet für
	1	2	3	C ₂₉ H ₄₄ O ₄ (456·3)
C	76·23	76·22	76·26	76·26
H	9·39	9·68	9·62	9·72

Bestimmung der spezifischen Drehung im Mikropolarisationsapparat nach Emil Fischer:

Lösungsmittel: abs. Alkohol.

$$\begin{array}{ll}
 p = 1\cdot540 & \alpha_D^{70} = -0\cdot16^\circ \\
 d = 0\cdot807 & \alpha_D^{70} = -0\cdot08^\circ \\
 c = 1\cdot242 & [\alpha]_D^{70} = -12\cdot88^\circ \\
 l = 100 \text{ mm} & \\
 l = 50 \text{ mm} &
 \end{array}$$

***d*-Sumaresinolnatrium.**

Das *d*-Sumaresinolnatrium ist in kaltem Wasser löslich. Die Lösung trübt sich jedoch sofort infolge Hydrolyse, weshalb ein gründliches Auswaschen des Salzes mit Wasser unmöglich ist. Zur Reinigung des Salzes verfährt man folgendermaßen: Das Salz, wie es bei der Darstellung aus dem Harze resultiert, wird abfiltriert und mit Natronlauge gut gewaschen. Dann gießt man so lange Wasser auf, bis das gesamte Salz in Lösung gegangen ist. Das wässrige Filtrat versetzt man mit soviel konzentrierter Natriumcarbonatlösung, daß die Flüssigkeit zirka sechsprozentig wird. Durch Aufkochen bringt man das durch Hydrolyse ausgeschiedene *d*-Sumaresinol in Lösung, filtriert und versetzt das Filtrat nach dem Erkalten mit wenig Äther. Das *d*-Sumaresinolnatrium scheidet sich fast augenblicklich in rein weißen Nadeln aus. In Alkohol ist das Salz leicht löslich.

Zur Analyse wurde ein mehrmals auf oben angegebenem Wege umkristallisiertes Salz dreimal mit Eiswasser gewaschen und dann an der Luft getrocknet.

1. 5·948 mg Substanz gaben 0·730 mg Na₂SO₄.
2. 4·220 mg Substanz verloren beim Trocknen im Vakuum bei 150° 0·561 mg H₂O.

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für C ₃₀ H ₄₇ O ₄ Na + 4H ₂ O
Na	3·97	4·06
4 H ₂ O	13·30	12·72

***d*-Sumaresinol.**

Beim Ansäuern einer alkalischen Lösung des *d*-Sumaresinolnatriums mit verdünnter Salzsäure wird das freie *d*-Sumaresinol in weißen, amorphen Flocken ausgefällt. Der Niederschlag wird abgesaugt, gut mit Wasser gewaschen und bei 110° getrocknet. Das amorphe *d*-Sumaresinol ist ein weißes Pulver, das in Methyl-, Äthylalkohol, Äther, Aceton, Eisessig, Chloroform schon in der Kälte, in Benzol und Xylol erst in der Hitze leicht löslich ist. Von Ligroin wird es nicht

gelöst. Aus alkoholischen Lösungen, die mit Wasser bis zur Trübung versetzt werden, krystallisiert es in Nadelbüscheln, die 1 Molekül Krystallwasser enthalten. Der Schmelzpunkt der reinen getrockneten Substanz liegt bei 298 bis 299° (unkorr.), indem bei 292° schwaches Sintern eintritt. In kalter Schwefelsäure löst sich die Substanz unter Orangefärbung. Die beim Erwärmen rotorange werdende Lösung zeigt beim Schütteln in dünner Schichte violette Färbung. Die Lösung fluoresziert gelb. Bei der Liebermann'schen Cholestolprobe wurden im Laufe einer Stunde folgende Färbungen beobachtet: violett, blauviolett, blau, blaugrün, dann grün, wobei die Lösung gelb fluoresziert. Bei der Salkowsky-Hesse'schen Probe färbt sich die Schwefelsäure orangerot, dann rot mit gelber Fluoreszenz, das Chloroform färbt sich hellviolett.

In heißer, verdünnter Natronlauge, Sodalösung und Ammoniak löst sich das Resinol leicht auf. Beim Versetzen der erkalteten alkalischen Lösungen mit wenig Äther krystallisieren die Alkalisalze aus.

Die krystallisierte Substanz verliert ihr Krystallwasser sehr schwer. Der durch Trocknen im Vakuum der Wasserstrahlpumpe ermittelte zu hohe Gewichtsverlust dürfte durch geringe Mengen wegsublimirer Substanz bedingt sein.

Analysen der lufttrockenen Substanz:

1. 4·280 mg Substanz gaben 11·51 mg CO₂ und 3·86 mg H₂O.
2. 4·299 mg Substanz verloren beim Trocknen im Vakuum bei 125° 0·212 mg.
3. 4·266 mg Substanz verloren beim Trocknen im Vakuum bei 140° 0·210 mg.

In 100 Teilen:

	Gefunden			Berechnet für
	1	2	3	$C_{30}H_{48}O_4 + H_2O$
C	73·35	—	—	73·41
H	10·10	—	—	10·28
H ₂ O	—	4·93	4·97	3·67

Analysen der getrockneten Substanz:

1. 4·087 mg Substanz gaben 11·41 mg CO₂.
2. 4·016 mg Substanz gaben 11·22 mg CO₂ und 3·64 mg H₂O.
3. 4·033 mg Substanz gaben 11·265 mg CO₂ und 3·62 mg H₂O.

In 100 Teilen:

	Gefunden			Berechnet für
	1	2	3	$C_{30}H_{48}O_4$ (472·4)
C	76·14	76·20	76·18	76·21
H	—	10·15	10·04	10·24

Bestimmung der spezifischen Drehung im Mikropolarisationsapparat nach Emil Fischer (Lösungsmittel abs. Äthylalkohol):

$$p = 2·061$$

$$d = 0·7994$$

$$c = 1·647$$

$$l = 100 \text{ mm}$$

$$l = 50 \text{ mm}$$

$$\alpha_D^{90} = +0·85^\circ \quad \alpha_D^{90} = +0·42^\circ \text{ bis } +0·43^\circ$$

$$[\alpha]_D^{90} = +51·60^\circ.$$

Mikromolekulargewichtsbestimmung nach der Siedepunktmethode:

Auch hier zeigte sich, daß bei Verwendung von Aceton als Lösungsmittel die erhaltenen Werte zu hoch ausfallen, offenbar durch den Einfluß der freien Hydroxylgruppe. Die Verwendung von Chloroform machte die schwere Löslichkeit der Substanz unmöglich. Durch graphische Extrapolation konnten Werte erhalten werden, die sich dem wahren Molekulargewichte nähern.

Bei der Molekulargewichtsbestimmung des Äthyläthers in Chloroform wurden sofort sehr gut stimmende Werte erhalten.

Lösungsmittel: Aceton 1·20 g.

$$a) \quad s_1 = 6·93 \text{ mg}; \quad \Delta_1 = 0·010^\circ; \quad M_1 = 964$$

$$s_2 = 15·65 \text{ mg}; \quad \Delta_2 = 0·017^\circ; \quad M_2 = 1281$$

$$b) \quad s_1 = 8·10 \text{ mg}; \quad \Delta_1 = 0·012^\circ; \quad M_1 = 939$$

$$s_2 = 14·11 \text{ mg}; \quad \Delta_2 = 0·018^\circ; \quad M_2 = 1094$$

Die graphische Extrapolation ergibt

$$a = 715,$$

$$b = 725.$$

d-Sumaresinolmethyläther.

d-Sumaresinol wird in Ammoniak gelöst, der Überschuß an Ammoniak am Wasserbade möglichst vertrieben und mit Silbernitratlösung das Silbersalz ausgefällt. Das in voluminösen weißen Flocken abgeschiedene Salz wird abgesaugt, gut mit Wasser gewaschen und im Vakuum über Schwefelsäure getrocknet.

Das trockene Silbersalz wird zur Darstellung des Äthers mit Jodmethyl und Methylalkohol eine Stunde am Wasserbade gekocht. Dann wird vom abgeschiedenen Silberjodid filtriert und die Lösung freiwillig eindunsten gelassen. Der Äther scheidet sich noch durch Jod verunreinigt in warzigen Kristallen ab.¹ Zur weiteren Reinigung krystallisiert man ihn aus heißem Methylalkohol durch Zufügen von Wasser bis zur Trübung um. Die reine Verbindung schmilzt bei 215 bis 216° (unkorr.), indem sie bei 212° schwach zusammensintert.

Analysen der bei 110° getrockneten Substanz:

1. 4·172 mg Substanz gaben 11·69 mg CO₂ und 3·85 mg H₂O.
2. 3·670 mg Substanz gaben 1·71 mg AgJ.

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für C ₃₀ H ₁₇ O ₄ CH ₃ (486·4)
C	76·42	76·48
H	10·33	10·36
O·CH ₃	6·16	6·23

d-Sumaresinoläthyläther.

Diese Verbindung erhält man durch Kochen des Silberosalzes mit Jodäthyl und Äthylalkohol und Weiterbehandlung des Reaktionsproduktes wie beim Methyläther. Der Äther krystallisiert aus verdünntem Äthylalkohol in prachtvollen, langen,

¹ Lüdy (a. a. O., p. 67) reinigt auf umständlichem Wege seinen durch Jod verunreinigten Äther durch Umfällen aus alkoholischer Lösung. Das übrigens schon durch bloßes Umkrystallisieren des Äthers aus verdünntem Methylalkohol leicht zu beseitigende Jod kann auch einfach durch Ausschütteln der ätherischen Lösung des Äthers mit verdünnter Natronlauge entfernt werden.

weißen Nadeln vom Schmelzpunkt 207 bis 208° (unkorr.) (205° schwaches Sintern). Er ist in den meisten organischen Lösungsmitteln leicht löslich.

Analysen der bei 110° getrockneten Substanz:

1. 4·120 mg Substanz gaben 11·57 mg CO₂ und 3·84 mg H₂O.
2. 3·464 mg Substanz gaben 1·66 mg AgJ.

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet für C ₃₀ H ₄₇ O ₄ ·C ₂ H ₅
C	76·59	76·74
H	10·43	10·47
O·C ₂ H ₅	9·19	9·00

Mikromolekulargewichtsbestimmung nach der Siedepunkts-
methode:

Lösungsmittel: Chloroform 2·25 g.

$$s_1 = 10·33 \text{ mg}; \quad \Delta_1 = 0·034^\circ; \quad M_1 = 494$$

$$s_2 = 19·85 \text{ mg}; \quad \Delta_2 = 0·062^\circ; \quad M_2 = 521.$$

Berechnetes Molekulargewicht für C₃₂H₅₂O₄ = 500·4.
