

# Ein Beitrag zur Frage der asymmetrischen Synthese

Von

Richard Weiss

Aus dem I. Chemischen Laboratorium der Universität in Wien

(Vorgelegt in der Sitzung am 30. Oktober 1919)

## Allgemeines.

Die unsymmetrischen Ketoketene vom Typus  $\begin{matrix} x \\ \rangle \\ y \end{matrix} C=C=O$  geben beim Zusammentreten mit Alkoholen Ester der disubstituierten Essigsäure von der Form  $\begin{matrix} x \\ \rangle \\ y \end{matrix} C \begin{matrix} H \\ \langle \\ COOR \end{matrix}$ , die im Säurerest ein asymmetrisches Kohlenstoffatom enthalten. Es bestand daher die Möglichkeit, daß bei Verwendung eines optisch aktiven Alkohols eine Verbindung entstehen würde, deren Säurerest  $\begin{matrix} x \\ \rangle \\ y \end{matrix} C \begin{matrix} H \\ \langle \\ COO- \end{matrix}$  selbst optisch aktiv, bloß in der rechts- oder linksdrehenden Form, und nicht als Racemat vorhanden wäre.

Um diese Frage zu entscheiden, stellte ich das Phenyl-*p*-tolylketen dar und ließ darauf *l*-Menthol in absolut ätherischer Lösung einwirken. Ich wählte gerade diese Körper, weil die Mentylester der racemischen und der beiden optisch aktiven Phenyl-*p*-tolylelessigsäuren von Alex. Mc Kenzie und S. T. Widdows<sup>1</sup> schon beschrieben worden sind.

<sup>1</sup> Alex. Mc Kenzie und S. T. Widdows, Journ. chem. Soc. 107, 702 bis 715. C. 1915, II, 538.

Bei dieser Reaktion entstand der *d*-Phenyl-*p*-tolylelessigsäure-*l*-menthylester. Es ist hiermit eine Reaktion aufgefunden worden, bei der aus einer optisch inaktiven Verbindung ohne Zwischenbildung des Racemats ein optisch aktiver Körper entsteht. Es liegt also ein Fall asymmetrischer Synthese vor.

Der *d*-Phenyl-*p*-tolylelessigsäure-*l*-menthylester zeigt

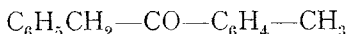
$$K_{p_{1mm}} = 190 \text{ bis } 196^\circ \text{ und } [\alpha]_D = -45 \cdot 4^\circ$$

( $c = 8 \cdot 044$  und  $c = 4 \cdot 8456$  in Aceton). Er ist gelblich, sirupös und konnte noch nicht zur Krystallisation gebracht werden.

Von Mc Kenzie und Widdows wird für den *dl*-Phenyl-*p*-tolylelessigsäure-*l*-menthylester  $[\alpha]_D^{15 \cdot 6} = -59 \cdot 2^\circ$  ( $c = 5 \cdot 625$  in Aceton) und  $F = 54$  bis  $55^\circ$  angegeben und für den *d*-Phenyl-*p*-tolylelessigsäure-*l*-menthylester stellten diese Forscher die Konstanten  $F = 53$  bis  $54^\circ$  und  $[\alpha]_D^{14} = -53 \cdot 0^\circ$  ( $c = 5 \cdot 746$  in Aceton) fest.

Nach meinen Ergebnissen hatten Mc Kenzie und Widdows wahrscheinlich nicht den reinen *d*-Phenyl-*p*-tolylelessigsäure-*l*-menthylester in Händen, offenbar war ihre Substanz teilweise racemisiert.

Um zu dem Phenyl-*p*-tolylketen, das selbst nicht isoliert wurde, zu gelangen, ging ich vom Benzyl-*p*-tolylketon

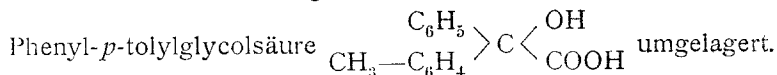


aus, das in der von Mann<sup>1</sup> angegebenen Weise dargestellt wurde. Alle folgenden Verbindungen einschließlich des Phenyl-*p*-tolylketens sind bisher noch nicht beschrieben worden. Eine ausführliche Beschreibung ihrer Eigenschaften und Darstellungsweisen findet sich im experimentellen Teil.

Das Benzyl-*p*-tolylketon wurde durch Brom in das Dibrombenzyl-*p*-tolylketon  $\text{C}_6\text{H}_5-\text{CBr}_2-\text{CO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_3$  übergeführt. Daraus wurde das *p*-Methylbenzil

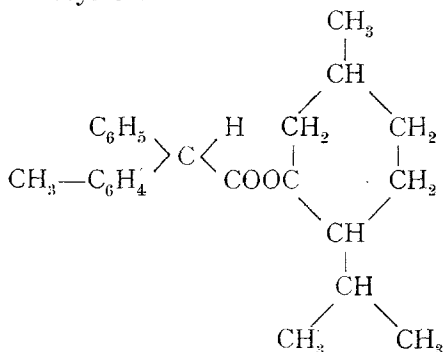


erhalten. Durch wässriges Kali wurde diese Verbindung in



<sup>1</sup> Mann, B. 14, 1645.

Phosphorpentachlorid erzeugt aus dieser Säure Phenyl-*p*-tolyl-chloressigsäurechlorid  $\text{CH}_3-\text{C}_6\text{H}_4 \left\langle \text{C} \begin{array}{l} \text{C}_6\text{H}_5 \\ \text{Cl} \\ \text{COCl} \end{array} \right.$ , das durch Einwirkung von Zinkspänen das Keten  $\text{CH}_3-\text{C}_6\text{H}_4 \left\langle \text{C} = \text{C} = \text{O} \right.$  lieferte. Beim Vermengen der ätherischen Lösung des Ketens mit einer solchen von *l*-Menthol resultierte der *d*-Phenyl-*p*-tolyl-essigsäure-*l*-menthylester



Die zur Herstellung des Benzyl-*p*-tolylketons nötige Phenylessigsäure wurde in bekannter Weise nach Mann<sup>1</sup> und Städel<sup>2</sup> über das Benzylcyanid aus Benzylchlorid bereitet. Dabei wurde das Auftreten eines bisher noch nicht beschriebenen Nebenproduktes, das sich als Phenylacetbenzylamid  $\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_5$  erwies, festgestellt.

Bei der hier untersuchten Reaktion entstand, wie schon erwähnt, der *d*-Phenyl-*p*-tolylessigsäure-*l*-menthylester, dessen absoluter Wert der Drehung kleiner ist als der absolute Drehungswinkel des *d*,*l*-Phenyl-*p*-tolylessigsäure-*l*-menthylesters. Der absolute Wert des Drehungswinkels des *l*-Phenyl-*p*-tolylessigsäure-*l*-menthylesters müßte nach dem Gesetz des additiven Verhaltens mehrerer asymmetrischer Kohlenstoffatome in einem Molekül, der größte von den drei in Frage kommenden Substanzen sein. Es bildete sich also bei der beschriebenen Reaktion von den drei möglichen Körpern, der, dessen Drehungswinkel den absolut geringsten Wert besitzt.

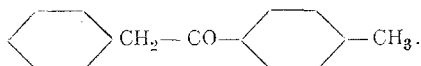
<sup>1</sup> Mann, B. 14, 1645.

<sup>2</sup> Städel, B. 19, 1951.

Ich will es mir nun als nächste Aufgabe stellen, zu untersuchen, ob beim Zusammentreten von unsymmetrischen Ketoketenen mit optisch aktiven primären oder sekundären Aminen, aktiven Säuren und aktiven Alkoholen von verschiedenen Individuen stets das mit dem absolut kleinsten Drehungswinkel entsteht, oder ob diese Anordnung nur bei dem hier untersuchten Fall zustande kommt und behalte mir diese Arbeit vor. Gleichzeitig soll auch versucht werden, die optisch aktiven Säuren aus den Verbindungen zu isolieren.

### Experimenteller Teil.

#### Benzyl-*p*-tolylketon

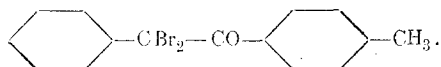


Zur Darstellung des Phenylelessigsäurechlorids wurde nach Metzner<sup>1</sup> verfahren. Eine Lösung von Phenylelessigsäure in Chloroform wurde durch einen Tropftrichter zur äquimolekularen Menge mit Chloroform überschichteten Phosphorpentachlorids zutropfen gelassen. Nachdem die erste heftige Einwirkung nachgelassen hatte, wurde noch einige Zeit auf dem Wasserbade erhitzt und hierauf im Vakuum das Chloroform und Phosphoroxychlorid abdestilliert, wobei die Temperatur des Wasserbades nie über 80° gesteigert wurde. Das zurückbleibende Phenylelessigsäurechlorid, das sich gegen Ende der Destillation etwas dunkel färbte, wurde in trockenem Toluol aufgenommen. In einem Kolben wurde sublimiertes Aluminiumchlorid (für 65 g Phenylelessigsäure 100 g Aluminiumchlorid) mit trockenem Toluol überschichtet, sodann bei gleichzeitiger Erwärmung auf dem Wasserbade aus einem Tropftrichter die Toluollösung des Phenylelessigsäurechlorids zutropfen gelassen. Nach Ablauf der lebhaften Chlorwasserstoffentwicklung wurde das Erhitzen noch einige Stunden fortgesetzt. Das Gemenge wurde mit zerstoßenem Eis versetzt. Es schied sich sofort eine beträchtliche Menge des Benzyl-*p*-tolylketons, das an der

<sup>1</sup> Metzner, A. 298, 375.

Trennungsfläche beider Phasen suspendiert blieb, aus. Nach dem Trennen beider Schichten und Abfiltrieren des ausgeschiedenen Ketons wurde von der Toluollösung der größte Teil des Lösungsmittels abdestilliert. Beim Erkalten krystallisierte das Keton aus. Die Ausbeute betrug 81% der Theorie.

### Dibrombenzyl-*p*-tolylketon



Zur siedenden Lösung des Benzyl-*p*-tolylketons in Chloroform wurde etwas mehr als die berechnete Menge in Chloroform gelösten Broms zutropfen gelassen, wobei sich große Mengen Bromwasserstoff entwickelten. Ein Überschuß von Brom ist notwendig, da bei Anwendung bloß der berechneten Menge ein Teil des Ausgangsmaterials und des Broms unverändert zurückbleiben, sich also ein Gleichgewicht bildet. Nach Beendigung der Reaktion wird das Chloroform abdestilliert und das Bromierungsprodukt bleibt geschmolzen zurück. Beim Erkalten erstarrt es krystallinisch und konnte durch Umkrystallisieren aus Alkohol in derben, etwas gelblich gefärbten Prismen erhalten werden.  $F \doteq 127.5$  bis  $128^\circ$ . Die alkoholische Lösung erscheint gelb, was auch Zinin<sup>1</sup> und Limpricht und Schwannert<sup>2</sup> beim Dibromdesoxybenzoin festgestellt hatten. Diese Gelbfärbung rührt von einer geringen Bildung von *p*-Methylbenzil her. Beim Erkalten der alkoholischen Lösung krystallisierten 75% der theoretischen Menge aus. Durch Einengen der Laugen konnten noch weitere Mengen der Substanz gewonnen werden.

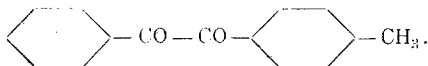
0.2308 g Substanz gaben 0.2356 g AgBr.

Für  $C_{15}H_{12}OBr_2$  berechnet 43.43% Br.  
gefunden 43.44

Bei der Kalischmelze liefert der Körper *p*-Toluylsäure.

<sup>1</sup> Zinin, A. 126, 221.

<sup>2</sup> Limpricht und Schwannert, A. 155, 70.

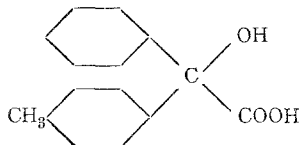
***p*-Methylbenzil**

Da Dibromdesoxybenzoin durch Erhitzen mit Alkohol in Benzil übergeführt wird, wurde dieses Verfahren auch zur Herstellung des *p*-Methylbenzils angewandt. Das Dibrombenzyl-*p*-tolylketon wurde zu diesem Zwecke mit Alkohol im Einschlußrohr einige Stunden auf 140 bis 160° erhitzt. Hierauf wurden von dem Reaktionsgemenge der Alkohol und die leichtflüchtigen Reaktionsprodukte (Bromäthyl und Äther) abdestilliert. Es blieb eine ölige, gelbe Substanz mit etwas Wasser zurück. Zur Entfernung der letzten Reste des Wassers wurde die Substanz in Äther aufgenommen und mit Chlorcalcium getrocknet. Nach längerem Stehen wurde die ätherische Schichte abgegossen und das Lösungsmittel abdestilliert; es blieb wieder ein gelbes Öl zurück, das auch nach mehrtägigem Stehen im Vakuum nicht krystallisierte. Deshalb wurde die Substanz der Wasserdampfdestillation unterworfen. Es ging ein fester Körper von der Farbe des Benzils über, der butterartige Konsistenz aufwies. Aus Alkohol umkrystallisiert, schmolz er zwischen 99 und 101°. Der Körper läßt sich auch im Vakuum unzersetzt destillieren.

0·1868 g Substanz gaben 0·5499 g CO<sub>2</sub> und 0·0983 g H<sub>2</sub>O.

Für C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub> berechnet 80·32% C und 5·40% H.  
 gefunden 80·28                    > 5·87

Bei der Einwirkung von Hydrazin auf die alkoholische Lösung des *p*-Methylbenzils bildete sich nur eine ganz geringe Menge eines krystallisierten Körpers neben viel sirupöser Substanz, die nicht weiter gereinigt werden konnte. Deshalb mußte zur Darstellung des Ketens der umständlichere Weg über die Phenyl-*p*-tolylglycolsäure eingeschlagen werden.

**Phenyl-*p*-tolylglycolsäure**

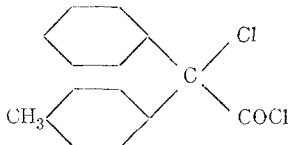
Zur Darstellung dieser Säure erwies es sich am zweckmäßigsten, das Dibrombenzyl-*p*-tolylketon in Partien zu 7 g in der oben beschriebenen Weise in das *p*-Methylbenzil überzuführen und vom Rohrinhalt die leichtflüchtigen Substanzen auf dem Wasserbade zu verjagen und den Rückstand mit einer Lösung von 8 g Kaliumhydroxyd in 10 cm<sup>3</sup> Wasser in einem verschraubbaren Eisenrohr 10 Stunden auf 150 bis 160° zu erhitzen. Nach dem Erkalten wurde der Inhalt mit Wasser aus dem Eisenrohr gespült und die Lösung von unverändertem *p*-Methylbenzil und harzigen Substanzen durch ein mit starker Kalilauge befeuchtetes Filter filtriert und mit der gleichen Lauge nachgewaschen. Verwendet man zum Waschen reines Wasser, so geht viel harzige Substanz durch das Filter. Die alkalische Lösung schied beim Ansäuern die Säure als schweres Öl ab, das nach kurzer Zeit krystallisierte. Die Ausbeute schwankte bei diesem Verfahren zwischen 65 und 84<sup>0</sup>/<sub>10</sub> der Theorie. Alle Darstellungsarten der Benzilsäure lieferten, auf das *p*-Methylbenzil angewandt, unbrauchbare Resultate. Die Säure läßt sich gut aus Eisessig umkrystallisieren. Man erhält auf diese Weise Krystalle vom Schmelzpunkt 131 bis 133°.

0·2042 g Substanz gaben 0·5557 g CO<sub>2</sub> und 0·1044 g H<sub>2</sub>O.

Für C<sub>13</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub> berechnet 74·34<sup>0</sup>/<sub>10</sub> C und 5·83<sup>0</sup>/<sub>10</sub> H.  
 gefunden 74·24                      »    5·72

Mit konzentrierter Schwefelsäure färbt sich die Verbindung blutrot.

### Phenyl-*p*-tolylchloroessigsäurechlorid



Zur Darstellung dieser Verbindung wurde dasselbe Verfahren angewandt, das Staudinger<sup>1</sup> für die Bereitung des Diphenylchloroessigsäurechlorids angibt.

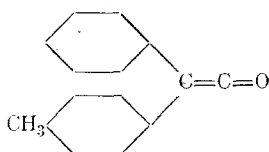
<sup>1</sup> Staudinger, A. 356, 72.

Beim Vermengen der Säure mit der doppelten Menge Phosphorpentachlorid trat nach einiger Zeit heftige Reaktion ein. Zur Vervollständigung der Reaktion wurde noch 1 Stunde auf dem Wasserbade erwärmt und hierauf das Reaktionsprodukt auf zerstoßenes Eis gegossen und die organische Substanz in Petroläther aufgenommen. Durch Destillation im Vakuum konnte die Substanz rein erhalten werden. Die Hauptmenge ging bei  $0.01 \text{ mm}$  Druck zwischen  $154$  bis  $158^\circ$  über. Eine nochmalige Destillation zeigte keine Änderung des Siedepunktes. Ausbeute  $67\%$  der Theorie. Der Körper ist ein gelbliches Öl, das noch nicht zur Krystallisation gebracht werden konnte. Durch die Luftfeuchtigkeit wird der Körper ziemlich bald zersetzt, deshalb konnte auch kein gut stimmender Analysenwert erhalten werden.

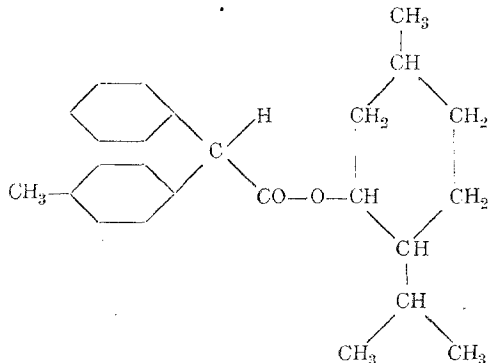
$0.2298 \text{ g}$  Substanz gaben nach Carius  $0.2235 \text{ g}$  AgCl.

Für  $\text{C}_{16}\text{H}_{12}\text{OCl}_2$  berechnet  $25.42\%$  Cl.  
 gefunden  $24.06$

### Phenyl-*p*-tolylketen



### und *d*-Phenyl-*p*-tolylelessigsäure-*l*-menthylester



$2.1 \text{ g}$  Zinkspäne wurden mit  $150 \text{ cm}^3$  absoluten Äthers in einem mit Rückflußkühler versehenen Kolben übergossen.



Nachdem aus dem Kolben die Luft durch Kohlensäure verdrängt worden war, wurden 5.8 g Phenyl-*p*-tolylchloroessigsäurechlorid, in Äther gelöst, hinzutropfen gelassen. Sofort färbte sich die Lösung gelb und nach gelindem Anwärmen trat Sieden ein. Nach etwa einer Stunde wurde eine Lösung von 2.8 g *l*-Menthol in absolutem Äther hinzuzießen gelassen. Es wurde absichtlich etwas weniger als die berechnete Menge Menthol zugesetzt in der Erwartung, daß die Ketenbildung nicht quantitativ verlaufen würde. Das Versuchsergebnis zeigte aber, daß das Keten nahezu in der theoretischen Menge entsteht. Die Lösung wurde nicht entfärbt, vielmehr blieb die gelbe Farbe auch nach 24-stündigem Stehen unverändert, ein Zeichen, daß das Keten mit dem sekundären Alkohol nur sehr langsam reagiert. Nunmehr wurde die Lösung mit Wasser ausgeschüttelt, um das Zinkchlorid aus dem Äther zu entfernen. Die wässrige Lösung gab mit Natriumcarbonat eine dichte Fällung von Zinkcarbonat.

Von der ätherischen Lösung wurde der Äther abdestilliert und der Rückstand zur Entfernung des überschüssigen Menthols der Wasserdampfdestillation unterworfen. Der Rückstand der Wasserdampfdestillation wurde abermals in Äther aufgenommen und zur Entfernung etwa aus dem Keten durch das Wasser gebildeter Phenyl-*p*-tolylessigsäure mit verdünnter Kalilauge ausgeschüttelt. Die alkalische Lösung schied nach dem Ansäuern eine ölarartige Säure aus, die bald krystallisierte. Aus verdünntem Alkohol umkrystallisiert, schmolz die Säure scharf zwischen 115 bis 116°: Phenyl-*p*-tolylessigsäure. Menge 2.52 g (entsprechend 3.11 g Phenyl-*p*-tolylchloroessigsäurechlorid).

Die ätherische Lösung, die den Menthylester enthalten sollte, wurde mit Calciumchlorid getrocknet und der Äther abdestilliert; es blieb ein gelbliches, zähflüssiges Öl zurück, das im Vakuum getrocknet wurde. Ausbeute: 2.0110 g.

Dieses wurde in 25 cm<sup>3</sup> reinsten Acetons gelöst und die optische Drehung bestimmt:

$$\alpha_D = -3.65^\circ, [\alpha]_D = -45.37^\circ \quad (c = 8.044 \text{ in Aceton}).$$

Hierauf wurde die Substanz im Vakuum destilliert. Sie ging bei 1 mm Druck zwischen 190 bis 196° über. Die so

gereinigte Substanz wurde analysiert und neuerdings ihre Drehung bestimmt.

0·1971 g Substanz gaben 0·5979 g CO<sub>2</sub> und 0·1428 g H<sub>2</sub>O.

Für C<sub>25</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub> berechnet 82·36% C und 8·85% H.  
 gefunden 82·73           > 8·11

1·2114 g der Substanz wurden in 25 cm<sup>3</sup> reinsten Acetons gelöst:  $\alpha_D = -2\cdot20^\circ$ ,  $[\alpha]_D = -45\cdot40^\circ$  ( $e = 4\cdot8456$  in Aceton).

Da der *d l*-Phenyl-*p*-tolylelessigsäure-*l*-menthylester

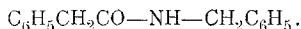
$$[\alpha]_D = -59\cdot2^\circ \quad (e = 5\cdot625 \text{ in Aceton})$$

besitzt, stellt die erhaltene Substanz den *d*-Phenyl-*p*-tolylelessigsäure-*l*-menthylester dar.

Um noch einen weiteren Beweis zu erbringen, wurde der Ester durch längeres Kochen mit alkoholischem Kali verseift. Durch Wasserdampfdestillation wurde das Menthol vom zurückbleibenden Kalisalz der Phenyl-*p*-tolylelessigsäure getrennt. Das Destillat enthielt ein Öl, das nach kurzer Zeit erstarrte und den bekannten Geruch des Menthols aufwies. Durch Sublimierung gereinigt, schmolz die Substanz zwischen 43—44°. Mischschmelzpunkt mit *l*-Menthol zeigte ebenfalls 43—44°.

Die bei der Wasserdampfdestillation zurückgebliebene Lösung wurde mit Äther ausgeschüttelt, um eventuell noch unverseiften Ester zu entfernen. Die wässrige Lösung schied beim Versetzen mit Salzsäure die organische Säure aus. Sie wurde über das Calciumsalz und Umkrystallisieren aus Wasser gereinigt und schmolz zwischen 115—116°. Der Mischschmelzpunkt mit Phenyl-*p*-tolylelessigsäure war ebenfalls 115—116°. Die Säure wird also, wie Mc Kenzie und Widdows<sup>1</sup> es angeben, durch alkoholisches Kali racemisiert.

### Phenylacetbenzylamid



Die zur Synthese des Benzyl-*p*-tolylketons nötige Phenylelessigsäure wurde nach Mann<sup>2</sup> und Städel<sup>3</sup> aus

<sup>1</sup> Alexse Mc Kenzie und S. T. Widdows Journ. chem Soc 107, 702 bis 715 C. 1915, II, 538.

<sup>2</sup> Mann, B. 14, 1645.

<sup>3</sup> Städel, B. 19, 1951.

Benzylchlorid durch Überführung in Benzylcyanid und dessen Verseifung gewonnen.

Bei der Auflösung der so hergestellten Phenyllessigsäure in Sodalösung blieb ein unlöslicher Körper zurück, und zwar in einer Menge von 8 g auf 100 g angewandtes Benzylchlorid. Dieser Körper war stickstoffhaltig, löslich in Äther, Aceton, Alkohol und Eisessig. Zur Reinigung wurde er aus Wasser umkrystallisiert und schmolz bei 122°.

0·2178 g Substanz gaben 0·6377 g CO<sub>2</sub> und 0·1292 g H<sub>2</sub>O.

0·2448 g Substanz gaben 13·3 cm<sup>3</sup> N<sub>2</sub> (*p* = 749 mm, *t* = 17°).

Für C <sub>15</sub> H <sub>15</sub> NO berechnet	79·95%	C,	6·71%	H,	6·22%	N.
gefunden	79·84		6·64		6·18	

Zur weiteren Identifizierung des Körpers wurden 1·23 g desselben im Einschmelzrohr mit verdünnter Salzsäure 8 Stunden auf 140° erhitzt. Auf dem Boden des Rohres befand sich noch feste Substanz, die nach dem Umkrystallisieren aus Wasser bei 122° schmolz. Ein Mischschmelzpunkt mit der ursprünglichen Substanz gab keine Depression. Es war also ein Teil der Substanz unverändert geblieben. Die salzsaure Lösung wurde vom Ungelösten abfiltriert und mit Äther ausgeschüttelt. Die ätherischen Auszüge hinterließen nach dem Abdunsten des Lösungsmittels eine Substanz, die, aus Wasser umkrystallisiert, bei 76° schmolz. Ein Mischschmelzpunkt mit Phenyllessigsäure ergab 76°. Die vom Äther getrennte wässrige Lösung wurde mit Kaliumhydroxyd versetzt und mit Äther ausgeschüttelt. Nach dem Abdunsten des Äthers hinterblieb ein Öl, das den charakteristischen Geruch der Amine aufwies. Es wurde nach Schotten-Baumann mit Kalilauge und Benzoylchlorid behandelt. Es schied sich ein Körper ab, der zwischen 105—106° schmolz, also den Schmelzpunkt des Benzylamids der Benzoesäure aufwies.

Dieses Ergebnis und die Analysenresultate zeigten, daß der fragliche Körper mit Phenylacetbenzylamid identisch ist.

Um alle Zweifel zu beheben, stellte ich das Phenylacetbenzylamid synthetisch aus Benzylamin und Phenyllessigsäurechlorid nach Schotten-Baumann dar. Es entstand ein fester Körper, der bei 120° schmolz. Ein Mischschmelzpunkt mit dem fraglichen Körper ergab 121°.

Bemerkenswert ist die große Beständigkeit des Körpers. Durch achtstündiges Erhitzen mit einer Lösung von Kali in 50-prozentigem Alkohol wurde er nicht verändert.

Die Reaktion, durch die dieser Körper gebildet wurde, kann folgendermaßen formuliert werden:

