

Über die Elemisäure aus Manila-Elemiharz

(III. Mitteilung)

Die Elemonsäure, ihr Hydrierungsprodukt und die Bromhydro-elemonsäure

Von

MILOŠ MLADENVIĆ

Aus dem Medizinisch-chemischen Institut der Universität in Zagreb
(Vorstand Prof. Dr. F. Bubanović)

(Vorgelegt in der Sitzung am 15. Oktober 1931)

Nach den neuen Untersuchungen von LIEB und MLADENVIĆ,¹ über die Zusammensetzung der Azetylverbindung der Elemolsäure, der Bromhydro-elemolsäure, der Dibrom-elemolsäure sowie des HBr-Abspaltungsproduktes aus Dibrom-elemolsäure muß als Bruttoformel für die Elemolsäure, der bisher die von LIEB aufgestellte Formel $C_{27}H_{42}O_3$ zuerkannt wurde, die Formel $C_{30}H_{48}O_3$ als sehr wahrscheinlich angenommen werden. Die Säure enthält sicher eine Hydroxylgruppe, eine Doppelbindung sowie eine Carboxylgruppe. Ich war nun bemüht, noch weitere Beweise für diese Auffassung beizubringen. Es erschien aus diesem Grunde zweckmäßig, die schon von LIEB und SCHWARZL² zum Zwecke des Beweises der sekundären Alkoholgruppe durch Oxydation mit Chromsäureanhydrid dargestellte *Elemonsäure* sowie ihre Derivate einer nochmaligen eingehenden Untersuchung zu unterziehen.

Zu diesem Zwecke wurde nach den Angaben von LIEB und SCHWARZL gleich eine größere Menge der Elemonsäure dargestellt. Dabei konnte festgestellt werden, daß bei genauer Einhaltung der von ihnen angegebenen Vorschrift die Elemonsäure vom Schmelzpunkt 274° (unkorr.) zu erhalten ist. Den Schmelzpunkt durch Umkristallisieren aus verschiedenen Lösungsmitteln noch höher zu bekommen, gelang nicht. Die Elemonsäure, die eine spezifische

¹ Monatsh. Chem. 58, 1931, S. 59, bzw. Sitzb. Ak. Wiss. Wien (II b) 140, 1931, S. 59.

² Monatsh. Chem. 45, 1924, S. 51, bzw. Sitzb. Ak. Wiss. Wien (II b) 133, 1924, S. 51.

Linksdrehung in Chloroform von $[\alpha]_D^{20} = -66.82^\circ$ hat (LIEB und SCHWARZL finden $[\alpha]_D^{20} = -67.13^\circ$), ist zum Unterschiede von der Elemolsäure in allen organischen Lösungsmitteln viel schwerer löslich. Es sei bemerkt, daß es mir gelang, aus dem Oxydationsgemisch noch ein anderes Oxydationsprodukt zu isolieren, über das ich in einer späteren Mitteilung ausführlich berichten werde. Durch viele C-H-Bestimmungen des analysenreinen Materials konnte festgestellt werden, daß auch der Elemonsäure die neue Formel mit 30 C-Atomen zukommen dürfte. Dafür sprechen auch der von LIEB und SCHWARZL ermittelte und von mir bestätigte Karboxylgehalt der Elemonsäure sowie die Bestimmung des Molekulargewichtes. Bei dieser Bestimmung bekamen LIEB und SCHWARZL einen um etwa 60 Einheiten höheren Wert, als der Formel der Elemonsäure mit 27 C-Atomen entspricht, der aber gut auf die Verbindung mit 30 C-Atomen paßt.

Inzwischen ist von RUZICKA und Mitarbeitern³ eine neue und verbesserte Darstellungsmethode der Elemonsäure angegeben worden. Nach dieser neuen Vorschrift soll die Ausbeute an reiner Elemonsäure etwa 50% betragen. Was aber von unseren Ergebnissen abweicht, betrifft den Schmelzpunkt der Elemonsäure wie auch deren Analyseergebnisse. Der Schmelzpunkt für die Elemonsäure ist schon von LIEB und SCHWARZL⁴ bei 274° gefunden worden und auch von mir neuerdings bestätigt worden. Auch BAUER und DIMOKOSTOULOS⁵ finden in ihrer vor kurzer Zeit veröffentlichten Arbeit den Schmelzpunkt der Elemonsäure bei 274° . RUZICKA und Mitarbeiter finden ihn bei 265° .

Ich habe zur Kontrolle die Oxydation der Elemonsäure genau nach den Angaben der obengenannten Autoren ausgeführt und konnte bestätigen, daß die Ausbeute an reiner Elemonsäure tatsächlich 50% beträgt. Der Schmelzpunkt lag aber gleich nach der ersten Umkristallisation des rohen Produktes bei 265° , konnte durch noch zweimaliges Umkristallisieren aus Alkohol auf 274° gebracht werden und blieb dann konstant. Jedenfalls ist die Substanz, die RUZICKA beschrieben und analysiert hat, nicht genügend gereinigt worden, wodurch sich auch die Unstimmigkeiten in den Analyseergebnissen erklären lassen.

Auch bei dieser verbesserten Darstellungsmethode der Ele-

³ Helv. Chim. Acta XIV, 1931, S. 811.

⁴ L. c.

⁵ Arch. Pharmaz. u. Ber. D. pharmaz. G. 269, 1931, S. 218.

monsäure konnte ich feststellen, daß als Produkt der Oxydation nicht nur die Elemonsäure vom Schmelzpunkt 274° zu erhalten ist, sondern daß man noch ein zweites Oxydationsprodukt, jedoch in ziemlich kleinen Mengen isolieren kann, von dem bisher angenommen wurde, daß es das Ausgangsmaterial (Elemolsäure) sei. Über dieses Produkt wird — wie oben schon erwähnt — in einer späteren Mitteilung ausführlich berichtet werden.

Die Elemonsäure zeigt Farbenreaktionen, die denen der Elemolsäure sehr ähnlich sind. In Essigsäureanhydrid gelöst und mit konzentrierter Schwefelsäure unterschichtet, zeigt sich an der Berührungsstelle ein intensiv rot gefärbter Ring. Die obere Schichte färbt sich nach kurzer Zeit grünlich und fluoresziert grün. Der Ring an der Berührungsstelle wird nach einiger Zeit violett und die Flüssigkeit oberhalb des Ringes färbt sich dann intensiv violett. In Chloroform gelöst, einige Tropfen Essigsäureanhydrid dazugegeben und mit konzentrierter Schwefelsäure unterschichtet, entsteht anfangs ein gelbroter Ring, der bald intensiv rot wird.

Eine weitere Stütze für die neue Formel mit 30 C-Atomen sowie für das Vorhandensein der Ketogruppe und auch einer Doppelbindung in der Elemonsäure bilden die Ergebnisse der Hydroxylamineinwirkung und der Hydrierung der Säure. LIEB und SCHWARZL versuchten den Nachweis der Ketogruppe durch die Darstellung des Oxims, Hydrazons sowie des Semikarbazons⁶ zu erbringen. Die Darstellung dieser Produkte gelang ihnen aber nicht, ebensowenig wie in neuester Zeit RUZICKA und Mitarbeitern⁷. Sie blieben trotzdem bei der Annahme der Ketogruppe, da ja auch in der Literatur mehrmals angegeben wird, daß man auf diese Weise die Ketogruppe nicht immer beweisen kann. RUZICKA gelang jedoch die Darstellung des Oxims aus dem Methyl-ester der Elemonsäure, wodurch — zwar auf einem kleinen Umweg — ganz eindeutig die Ketonatur der Elemonsäure bewiesen ist. Es sei noch bemerkt, daß es in jüngster Zeit BAUER und DIMOKOSTOULOS⁸ gelang, auch das Oxim der Elemonsäure selbst darzustellen.

Bei der Hydrierung der Elemonsäure mit Palladiumkohle als Katalysator nach SKITA zeigte sich bei dem quantitativen Verfolgen der Wasserstoffanlagerung, daß etwa *doppelt* so viel

⁶ L. c.

⁷ L. c.

⁸ L. c.

Wasserstoff bei der Hydrierung verbraucht wird, als *einer* Doppelbindung entspricht. Nach diesem Wasserstoffverbrauch zu urteilen, wird die Hälfte des Wasserstoffes für die Aufhebung der Doppelbindung und die zweite Hälfte für die Reduktion der Ketogruppe zur sekundären Alkoholgruppe verbraucht oder für die von RUZICKA als wahrscheinlich angenommene zweite, schwer hydrierbare Doppelbindung. Wenn bei der Hydrierung wirklich die alkoholische Gruppe entstanden wäre, hätte die Darstellung des Azetylderivates der hydrierten Elemonsäure gelingen müssen. Dieser Versuch gelang aber bisher nicht. Die *hydrierte Elemonsäure* zeigt einen Schmelzpunkt von 293° (unkorr.) und ist in fast allen organischen Lösungsmitteln in der Kälte schwer löslich, während sie sich im warmen Äthylalkohol, Methylalkohol und Chloroform verhältnismäßig leicht löst. Die *Hydro-elemonsäure* ist optisch aktiv und zeigt eine spezifische Linksdrehung, die in Chloroform -54.69° und in Pyridin -50.06° beträgt. Die CH-Bestimmungen wie auch die Ergebnisse der Karboxylbestimmung sprechen für die Formel $C_{30}H_{50}O_3$.

Die Hydro-elemonsäure gibt, in Essigsäureanhydrid gelöst und mit konzentrierter Schwefelsäure unterschichtet, an der Berührungsstelle einen roten Ring. Die obere Flüssigkeitsschicht färbt sich bald grünlichgelb und zeigt grüne Fluoreszenz. Nach einiger Zeit färbt sich die obere Flüssigkeitsschicht rötlich und fluoresziert nicht mehr. Die Chloroformlösung der Säure zeigt auf Zusatz einiger Tropfen Essigsäureanhydrid beim Unterschichten mit konzentrierter Schwefelsäure nach einiger Zeit an der Berührungsstelle einen roten Ring.

BAUER und DIMOKOSTOULOS⁹ erhielten bei der Hydrierung der Elemonsäure eine Substanz, die in feinen Nadeln kristallisiert und bei $264-265^{\circ}$ schmilzt. Nach ihnen ist nach 5 Stunden nahezu die theoretische Menge Wasserstoff (für eine Doppelbindung) verbraucht. Da wir die Hydrierung 14 bzw. 25 Stunden im Gange hatten und BAUER nur 5 Stunden, so ist es möglich, daß die Substanz von BAUER entweder nicht genügend gereinigtes Produkt vom Schmelzpunkt 293° oder ein weniger hydriertes Produkt ist.

Zur weiteren Stützung der Bruttoformel der Elemonsäure — und damit im Zusammenhang auch der Elemolsäure — versuchte ich, das Elemonsäuremolekül durch Halogen noch stärker

⁹ L. c.

zu belasten. Zu diesem Zwecke wurde die Anlagerung von *Bromwasserstoff* an die Doppelbindung vorgenommen. Leitet man in die gekühlte Chloroformlösung der Elemensäure trockenes Bromwasserstoffgas bis zur Sättigung ein, dampft dann aus der rötlich gefärbten Lösung bei mäßiger Temperatur das Chloroform ab und behandelt den Rückstand, der rot gefärbt ist, mit kaltem Azeton, um die Hauptverunreinigungen zu entfernen und kristallisiert dann aus Azeton um, so gelingt es, eine Substanz vom konstanten Schmelzpunkt von 262° (unkorr.) zu erhalten. Diese Substanz — *Bromhydro-elemensäure* — kristallisiert in langen farblosen Nadeln, die in kaltem Azeton und Chloroform schwer löslich sind, sich aber in diesen Lösungsmitteln in der Wärme ziemlich leicht lösen. Diese Substanz ist zum Unterschiede von allen bisher dargestellten HBr-Produkten (Bromhydro-elemolsäure, Abspaltungsprodukt aus Dibrom-elemolsäure) optisch aktiv und zeigt eine spezifische Linksdrehung in einem Azeton-Alkoholgemisch $[\alpha]_D^{20} = -29.35^{\circ}$, während die Drehung in Chloroform — 10.8° beträgt. Die Analysenergebnisse dieses Produktes stimmen auch auf die Formel mit 30 C-Atomen, sowohl die CH-Bestimmungen wie auch die Brom- und Molekulargewichtsbestimmung.

Durch Abspaltung des Bromwasserstoffes aus der Bromhydro-elemensäure mittels methylalkoholischer Kalilauge gelingt es, die Elemensäure zurückzugewinnen. Die auf diese Weise erhaltene Substanz hat denselben Schmelzpunkt von 274° wie die Elemensäure. Der Mischschmelzpunkt mit der Elemensäure bleibt auch unverändert bei 274° . Die Kristallform, wie auch die Farbenreaktionen sowohl in Essigsäureanhydrid als auch in Chloroform, dem man einige Tropfen Anhydrid zugesetzt hat, sind denen der Elemensäure ganz gleich. Alle diese Daten werden noch durch die Analysenergebnisse gestützt. Es ist also durch die Einwirkung von Bromwasserstoff und darauffolgende Spaltung des Bromwasserstoffes gar keine Strukturänderung eingetreten.

Beschreibung der Versuche.

Darstellung und Eigenschaften der Elemensäure.

10 g Elemolsäure werden in 250 cm^3 Eisessig gelöst und zu dieser Lösung langsam und unter Erwärmen auf dem Wasserbade eine Lösung von 5 g Chromsäureanhydrid in 200 cm^3 Eis-

essig zugesetzt. Die Lösung färbt sich sofort grün. Sie wird noch etwa eine halbe Stunde auf dem Wasserbade erhitzt und dann die heiße Lösung in eine große Menge Wasser gegossen. Dabei fällt das Reaktionsprodukt in schwach grünlich gefärbten groben Flocken aus. Diese werden abgenutscht, gründlich mit Wasser gewaschen und getrocknet. Das trockene Produkt kristallisiert man abwechselnd aus Eisessig und Äthylalkohol um, bis zum konstanten Schmelzpunkt von 274° (unkorr.). Die Ausbeute ist ziemlich gering und beträgt etwa 25%. In geringer Menge ist dem Oxydationsprodukt vom Schmelzpunkt 274° eine andere Substanz beigemischt, die früher als unverändertes Ausgangsmaterial angesehen wurde, sich aber als eine ganz neue Substanz herausstellte, worüber in einer weiteren Mitteilung berichtet werden wird. Die Elemonsäure ist fast in allen organischen Lösungsmitteln, wie Benzol, Äthylalkohol, Methylalkohol, Eisessig und Essigester, in der Kälte schwer löslich, während sie sich in Chloroform sehr leicht löst. Für die Analysen wurde die Substanz im Vakuum über Schwefelsäure getrocknet.

4·008 mg Substanz gaben 11·63 mg CO_2 und 3·40 mg H_2O
 3·926 mg „ „ 11·37 mg CO_2 und 3·68 mg H_2O
 3·767 mg „ „ 10·91 mg CO_2 und 3·51 mg H_2O
 4·088 mg „ „ 11·83 mg CO_2 und 3·85 mg H_2O .

Ber. für $\text{C}_{30}\text{H}_{46}\text{O}_3$ (454·37): C 79·23; H 10·20%.

Gef.: C 79·14, 78·99, 78·99, 78·93; H 9·50, 10·49, 10·43 und 10·54%.

Titration: 10·04 mg Säure in 20 cm^3 neutralisiertem Alkohol verbrauchten unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator 1·04 cm^3 $n/45$ NaOH; 4·731 mg Säure verbrauchten unter denselben Bedingungen 1·06 cm^3 $n/100$ NaOH.

Ber. für $\text{C}_{29}\text{H}_{45}\text{O} \cdot \text{COOH}$: 9·91% COOH.

Gef.: 10·36 und 10·08%.

Mikromolekulargewichtsbestimmung nach RAST:

0·257 mg Substanz in 1·651 mg Kampfer: $\Delta = 13^{\circ}$ (Konstante = 38)
 0·315 mg „ „ 2·930 mg Kampfer: $\Delta = 11·5^{\circ}$.

Ber.: 454·37%.

Gef.: 469 und 470.

Bestimmung der spezifischen Drehung im Mikro-Polarisationsapparat nach E. FISCHER.

Chloroform als Lösungsmittel.

$$d = 1·4829 \quad l = 100 \text{ mm} \quad p = 1·09$$

$$[\alpha]_D^{20} = -1·08^{\circ} \quad [\alpha]_D^{20} = -66·82^{\circ}.$$

Hydrierung der Elemonsäure.

Nach F. GSTIRNER¹⁰ wurden 0·53 g Elemonsäure für die Hydrierung in 30 cm³ heißem Äthylalkohol mit Palladiumkohle vermischt, die Schüttelente mit Watte verpackt, damit die Lösung länger warm bleibt, und mit gereinigtem und getrocknetem Wasserstoff hydriert. Die Hydrierung dauerte 25 Stunden und es wurden insgesamt 52·4 cm³ Wasserstoff verbraucht (für 4 H berechnet 51·8 cm³). Die Lösung wird von der Palladiumkohle abfiltriert und *auf ein kleines Volumen eingeengt*. Nach dem Erkalten scheidet sich die Substanz in farblosen, langen Nadeln aus, die nach mehrmaligem Umkristallisieren den konstanten Schmelzpunkt von 293° (unkorr.) zeigt.

Bei meinen Versuchen nahm ich Eisessig als Lösungsmittel und arbeitete während der ganzen Hydrierung bei höherer Temperatur (etwa 100°). Je 1 g Elemonsäure löste ich in 100 cm³ Eisessig und setzte 0·3 g Palladiumkohle zu. Die verbrauchte Wasserstoffmenge stimmte mit der oben erwähnten überein. Die Hydrierung dauerte 14 Stunden, nach welcher Zeit kein Wasserstoff mehr aufgenommen wurde. Nach beendeter Hydrierung wurde die heiße Lösung von der Palladiumkohle filtriert. Nach dem Erkalten der Lösung schied sich das Reaktionsprodukt in farblosen, langen Nadeln ab. Die hydrierte Säure zeigte gleich den Schmelzpunkt von 293° (unkorr.), der auch nach nochmaligem Umkristallisieren konstant blieb. Die Ausbeute war sehr günstig und betrug 70—80%. Aus den Eisessig-Mutterlaugen bekommt man noch etwas Substanz, wenn man das Lösungsmittel zur Hälfte abdestilliert. Die Hydroelemonsäure ist fast in allen organischen Lösungsmitteln in der Kälte schwer löslich. In Chloroform und Eisessig löst sie sich in der Wärme ziemlich leicht. In Pyridin ist sie leicht löslich. Für die Analysen wurde die Substanz im Vakuum über Schwefelsäure getrocknet.

3·395 mg Substanz gaben	9·78 mg CO ₂	und	3·31 mg H ₂ O
3·761 mg	„	„	10·86 mg CO ₂ „ 3·61 mg H ₂ O
3·595 mg	„	„	10·37 mg CO ₂ „ 3·45 mg H ₂ O
3·879 mg	„	„	11·19 mg CO ₂ „ 3·71 mg H ₂ O.

Ber. für C₃₀H₅₀O₃: C 78·54; H 11·00%.

Gef.: C 78·57, 78·75, 78·67, 78·68; H 10·91, 10·74, 10·74 und 10·70%.

Titration: 5·630 mg Substanz, in 20 cm³ neutralisiertem Alkohol gelöst, verbrauchten mit Phenolphthalein als Indikator 1·24 cm³ n/100 NaOH; 5·895 mg Substanz verbrauchten unter denselben Bedingungen 1·30 cm³ n/100 NaOH.

¹⁰ Inaugural-Dissertation, Graz 1929.

Ber. für 1 COOH: 9·82% COOH.

Gef.: 9·91 und 9·93%.

Mikromolekulargewichtsbestimmung nach RAST.

0·271 mg Substanz in 2·718 mg Kampfer: $\Delta = 9\cdot4^\circ$.

0·163 mg „ „ 1·530 mg Kampfer: $\Delta = 9\cdot6^\circ$.

Ber.: 458·4.

Gef.: 404 und 422.

Bestimmung der spezifischen Drehung.

a) Chloroform als Lösungsmittel:

$$d = 1\cdot4617 \quad p = 0\cdot500 \quad l = 100 \text{ mm}$$

$$[\alpha]_D^{20} = -0\cdot40^\circ \quad [\alpha]_D^{20} = -54\cdot69^\circ.$$

b) Pyridin als Lösungsmittel:

$$d = 0\cdot978 \quad p = 2\cdot237 \quad l = 100 \text{ mm}$$

$$[\alpha]_D^{20} = -1\cdot12^\circ \quad [\alpha]_D^{20} = -50\cdot06^\circ.$$

Bromhydroelemonsäure.

2 g Elemonsäure werden in Chloroform gelöst und in diese Lösung, die mit Eis gekühlt wird, getrocknetes und gereinigtes Bromwasserstoffgas bis zur Sättigung eingeleitet. Die gelb-rot gefärbte Chloroformlösung wird an der Pumpe verdampft. Es hinterbleibt ein rötlich gefärbter Rückstand. Durch mehrmaliges Auswaschen dieses Produktes mit kleinen Mengen kalten Azetons befreit man die Substanz, die nach dieser Behandlung nur noch schwach gelblich gefärbt ist, von den Hauptverunreinigungen. Es wird nun aus Azeton bis zum konstanten Schmelzpunkt von 262° (unkorr.) umkristallisiert. Das Produkt kristallisiert in langen, farblosen Nadeln und ist in Azeton und Chloroform in der Kälte schwer löslich, löst sich aber in der Siedehitze ziemlich leicht. Für die Analyse wurde das Produkt im Vakuum über Schwefelsäure getrocknet.

4 242 mg Substanz gaben 10·520 mg CO₂ und 3·35 mg H₂O

3·948 mg „ „ 9·77 mg CO₂ „ 3·06 mg H₂O

3·904 mg „ „ 9·68 mg CO₂ „ 3·08 mg H₂O

3·059 mg „ „ 1·103 mg AgBr

5·698 mg „ „ 2·000 mg AgBr.

Ber. für C₃₀H₄₇O₃Br: C 67·25; H 8·85, Br 14·93%.

Gef.: C 67·64, 67·49, 67·62; H 8·84, 8·67, 8·83; Br 15·39 und 14·93%

Mikromolekulargewichtsbestimmung nach RAST.

0·360 mg Substanz in 3·090 mg Kampfer: $\Delta = 12\cdot5^\circ$.

Ber.: 535·3.

Gef.: 554.

Bestimmung der spezifischen Drehung.

a) Azeton-Alkohol-Gemisch als Lösungsmittel:

$$d = 0.81893 \quad p = 1.207 \quad l = 100 \text{ mm}$$

$$[\alpha]_D^{20} = -0.29^\circ \quad [\alpha]_D^{20} = -29.35^\circ.$$

b) Chloroform als Lösungsmittel:

$$d = 1.463 \quad p = 0.590 \quad l = 100 \text{ mm}$$

$$[\alpha]_D^{20} = -0.15^\circ \quad [\alpha]_D^{20} = 10.80^\circ.$$

HBr-Abspaltung aus der Bromhydro-elemonsäure.

(Zurückgewinnung der Elemonsäure.)

0.5 g der Bromhydro-elemonsäure wird mit etwa 30 cm³ methylalkoholischer Kalilauge (25 g KOH, gelöst in 100 cm³ Methylalkohol) 15 Minuten am Wasserbade zum Sieden erhitzt. Die erkaltete Lösung gießt man in eine große Menge 4%iger Schwefelsäure, wobei sich grobe, weiße Flocken ausscheiden. Der Niederschlag wird abgenutscht, mit Wasser schwefelsäurefrei gewaschen und aus Azeton bis zum konstanten Schmelzpunkt von 274° umkristallisiert. Das Produkt, das in dünnen, langen und farblosen Nadeln kristallisiert, ist in der Kälte in Azeton, Methylalkohol und Äthylalkohol ziemlich schwer löslich, leichter löslich in der Siedehitze. Die Substanz löst sich leicht in Chloroform. Die Beilstein-Probe auf Brom ist negativ. Mischschmelzpunkt mit der Elemonsäure ist unverändert bei 274°. Auch die Farbenreaktionen sind ganz gleich denen der Elemonsäure. Für die Analysen wurde die Substanz im Vakuum über Schwefelsäure getrocknet. 2.794 mg Substanz gaben 8.09 mg CO₂ und 2.52 mg H₂O.

Ber. für C₃₀H₄₆O₃: C 79.23; H 10.20%.

Gef.: C 78.97; H 10.10%.

Titration: 5.040 mg Substanz in 20 cm³ neutralisiertem Alkohol verbrauchten unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator 1.10 cm³ n/100 NaOH.

Ber. für C₂₉H₄₅O.COOH: 9.91% COOH.

Gef.: 9.82%.

Mikromolekulargewichtsbestimmung nach RAST:

0.248 mg Substanz in 1.905 mg Kampfer: Δ = 11.6°.

Ber.: 454.37.

Gef.: 427.