Verbrauch Blindversuch (Blau-Gelb)	49,32 cm³ n-HCl
— Verbrauch Hauptversuch (Blau-Gelb)	31,05 cm³ n-HCl
an Essigsäure gebundenes Alkali (Alkali-Verbrauch)	18,27 cm³ n-KOH
Verbrauch Hauptversuch (Gelb-Rot)	68,92 cm³ n-HCl
— Verbrauch Blindversuch (Gelb-Rot)	50,82 cm³ n-HCl
in Freiheit gesetztes Äthanolamin (Alkalitäts-Zuwachs)	18,10 cm³ n-Lösung

$$\textbf{Amid-Zahl} = \frac{18{,}10 \cdot 56110}{1000 \cdot 2{,}4656} = \mathbf{411{,}9} \text{ (Theorie 415,4)}$$

$$18{,}10 \text{ cm}^3 \text{ n-Anilin} = \frac{18{,}10 \cdot 93{,}06}{1000} = \mathbf{1{,}685 \text{ g Anilin}}$$

$$18{,}10 \text{ cm}^3 \text{ n-Essigsäure} = \frac{18{,}10 \cdot 60{,}03}{1000} = \mathbf{1{,}088 \text{ g Essigsäure}}$$

IV. Verseifung eines Gemisches aus Ölsäureäthanolamid und Ölsäurebutylester mit n-äthylenglykolischer Kalilauge.

1,4440 g Ölsäureäthanolamid
+ 1,1892 g Ölsäurebutylester (V.Z. 166, S.Z. 2,6, J.Z. 68,9, OH.Z. 0)
2,6332 g Gemisch

wurden mit 50 cm³ n-äthylenglykolischer Kalilauge gleichzeitig mit einem Blindversuch 6 h unter Rückflußkühlung zum Sieden erhitzt, die Kühler mit je 25 cm³ dest. Wasser nachgespült und beide Ansätze mit n-Salzsäure zunächst gegen Phenolphthalein (reichlich Indicatorzusatz!) titriert. Beim Hauptversuch erkennt man den Endpunkt im Endstadium am besten daran, daß der auf der Titrationsflüssigkeit schwimmende weiße Schaum auf weiteren Zusatz eines Tropfens Phenolphthalein-Lösung nicht mehr gerötet wird. Nun wurden zu beiden Versuchen 10 Tropfen Bromphenolblau-Lösung hinzugefügt und zuerst der Blindversuch, dann der Hauptversuch — letzterer unter Zusatz von 30 cm³ Äther — auf Gelbgrün titriert. Der Blindversuch dient dabei als Vergleichslösung.

Verbrauch Hauptversuch Bromphenolblau	53,62 cm³ n-HCl
— Verbrauch Blindversuch Bromphenolblau	49,15 cm³ n-HCl
Alkalitäts-Zuwachs	4,47 cm³ n-Lösung (Theorie 4,44 cm³ n-Lösung)
Verbrauch Blindversuch Phenolphthalein	48,13 cm³ n-HCl
— Verbrauch Hauptversuch Phenolphthalein	44,58 cm³ n-HCl
Seifenalkali nach der „Ester-Methode"	3,55 cm³ n-KOH (Theorie 3,52 cm³ n-KOH)

$$\textbf{Amid-Zahl} = \frac{4{,}47 \cdot 56110}{1000 \cdot 2{,}6332} = \mathbf{95{,}3} \text{ (Theorie 94,6)}$$

$$4{,}47 \text{ cm}^3 \text{ n-Äthanolamin} = \frac{4{,}47 \cdot 325{,}31}{1000} = \mathbf{1{,}454 \text{ g Ölsäureäthanolamid}}$$

Aus dem bei der Phenolphthalein-Titration gefundenen Seifenalkali berechnen wir die „Verseifungszahl nach der Ester-Methode":

$$\textbf{Verseifungszahl} = \frac{3{,}55 \cdot 56110}{1000 \cdot 2{,}6332} = \mathbf{75{,}7} \text{ (Theorie 75,0)}$$

Da die Säurezahl des Gemisches 1,2 ist, errechnet sich die Ester-Zahl gemäß:

E.Z. = V.Z. — S.Z. = 75,7 — 1,2 = 74,5

Ester-Zahl = 74,5 (Theorie 73,8)

Das zu untersuchende Gemisch enthält außer dem Ölsäureäthanolamid keine durch die Amid-Methode analysierbaren Substanzen. Daher sind in diesem Falle die „Verseifungszahl nach der Amid-Methode" und die Amid-Zahl zahlenmäßig gleich.

Daraus folgt gemäß der Gleichung: Effektive Verseifungszahl ($V.Z._{eff.}$) = „Verseifungszahl nach der Ester-Methode" (V.Z.) + „Verseifungszahl nach der Amid-Methode" (A.Z.)

$V.Z._{eff.}$ = V.Z. + A.Z. = 75,7 + 95,3 = 171,0 (Theorie 169,8)

Effektive Spaltungszahl ($Sp.Z._{eff.}$) = Ester-Zahl (E.Z.) + Amid-Zahl (A.Z.)

$Sp.Z._{eff.}$ = E.Z. + A.Z. = 74,5 + 95,3 = 169,8 (Theorie 168,6)

V. Verseifung eines Gemisches aus Ölsäureäthanolamid und Ölsäurebutylester mit n/2 alkoholischer Kalilauge.

Zur Untersuchung gelangte ein Gemisch aus 28,2% Ölsäureäthanolamid und 71,8% Ölsäurebutylester (S.Z. 2,6, V.Z. 166, OH.Z. 0, J.Z. 68,9). E I = 5,8803 g, E II = 5,7642 g Substanz wurden mit 50 cm³ n/2 alkoholischer Kalilauge gleichzeitig mit einem Blindversuch 1 h unter Rückflußkühlung zum Sieden erhitzt, die Kühler mit je 25 cm³ neutralem Alkohol nachgespült und die Versuche mit n-HCl gegen Phenolphthalein titriert:

Verbrauch Blindversuch	24,88 cm³ n-HCl
— Verbrauch Hauptversuch E I	12,36 cm³ n-HCl
Verbrauch	12,52 cm³ n-KOH
Verbrauch Blindversuch	24,88 cm³ n-HCl
— Verbrauch Hauptversuch E II	12,60 cm³ n-HCl
Verbrauch	12,28 cm³ n-KOH

$$\text{Verseifungszahl Hauptversuch E I} = \frac{12{,}52 \cdot 56110}{1000 \cdot 5{,}8803} = 119{,}5$$

$$\text{Verseifungszahl Hauptversuch E II} = \frac{12{,}28 \cdot 56110}{1000 \cdot 5{,}7642} = 119{,}5 \text{ (Theorie 119,2)}$$

VI. Analyse eines Gemisches aus Laurinsäureäthanolamid und „Laurinsäureamidester" (N-[β-Lauroyloxy-äthyl]-laurinsäureamid).

Laurinsäureäthanolamid (Theor. M.G. 243,23)

$C_{11}H_{23} \cdot CO \cdot NH \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot OH$

„Laurinsäureamidester" (Theor. M.G. 425,41)

$C_{11}H_{23} \cdot CO \cdot NH \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot O \cdot CO \cdot C_{11}H_{23}$

Darstellung des gemischten Produktes: 97 g Laurinsäurechlorid (Kp_8 134°) wurden unter Eiskühlung und Rühren tropfenweise mit 55 g Äthanolamin versetzt, 2 h auf dem Wasserbad erwärmt, 400 cm³ Wasser hinzugefügt und einige Zeit zum Sieden erhitzt. Hierbei schied sich das Produkt als hellgelbes Öl ab, das nach dem Erkalten zu einem festen Kuchen erstarrte. Das Auskochen mit Wasser wurde noch einmal in der gleichen Weise wiederholt und das Erstarrungsprodukt auf Ton getrocknet und mehrmals aus Benzol umkristallisiert. So wurde eine vollkommen farblose Substanz erhalten, die zwischen 80 und 85° schmolz.

S.Z. 0,0; V.Z. 25,2, 25,1; A.Z. 213,2, 211,0; 5,21% N

Berechnung der im Produkt vorliegenden Mengen Laurinsäureäthanolamid und „Laurinsäureamidester".

a) Aus der gefundenen Verseifungszahl: Verseifungszahl V.Z. = 25,2.

$$25{,}2 \text{ mg KOH} = \frac{25{,}2 \cdot 425{,}41}{56110} = 0{,}191 \text{ g „Laurinsäureamidester"}$$

In 1 g Produkt sind mithin enthalten 0,191 g „Laurinsäureamidester" und 1 — 0,191 = 0,809 g Laurinsäureäthanolamid. Das Produkt besteht demnach aus: **19,1% „Laurinsäureamidester"** und **80,9% Laurinsäureäthanolamid.**

b) Aus der gefundenen Amid- und Verseifungszahl:

Mittlere Amid-Zahl A.Z. 212,1

Zwecks Berechnung der im Laurinsäureäthanolamid gebundenen Äthanolamin-Menge muß man von der gefundenen Amid-Zahl, welche ja das Gesamtäthanolamin — ausgedrückt in mg KOH — darstellt, die im „Laurinsäureamidester" vorliegende Äthanolamin-Menge abziehen. Da die letztere — ausgedrückt in mg KOH — zahlenmäßig gleich der gefundenen Verseifungszahl ist, braucht man von der Amid-Zahl nur die Verseifungszahl zu subtrahieren, um die mg KOH zu erhalten, die zur Verseifung des in 1 g Produkt enthaltenen Laurinsäureäthanolamids erforderlich sind, also 212,1 — 25,2 = 186,9 mg KOH. Hieraus berechnet man die Menge Laurinsäureäthanolamid, die in 1 g Substanz enthalten ist, gemäß:

$$186{,}9 \text{ mg KOH} = \frac{186{,}9 \cdot 243{,}23}{56110} = 0{,}810 \text{ g Laurinsäureäthanolamid}$$

In 1 g Produkt sind mithin enthalten 0,810 g Laurinsäureäthanolamid und 1 — 0,810 = 0,190 g „Laurinsäureamidester". Hiernach besteht das Produkt aus: **19,0% „Laurinsäureamidester"** und **81,0% Laurinsäureäthanolamid.**

c) Aus der gefundenen Amid-Zahl: Da im Gemisch nur zwei Substanzen nebeneinander vorliegen, kann man auch das Prozentverhältnis Laurinsäureäthanolamid — „Laurinsäureamidester" aus den theoretischen Amid-Zahlen dieser Verbindungen und der gefundenen Amid-Zahl des Gemisches interpolieren:

Theoretische Amid-Zahl Laurinsäureäthanolamid	230,7
— Theoretische Amid-Zahl „Laurinsäureamidester"	131,9
Differenz	98,8
Theoretische Amid-Zahl Laurinsäureäthanolamid	230,7
— Gefundene Amid-Zahl des Gemisches	212,1
Differenz	18,6

98,8 mg KOH = 100% „Laurinsäureamidester"

$$18{,}6 \text{ mg KOH} = \frac{1860}{98{,}8} = 18{,}8\% \text{ „Laurinsäureamidester"}$$

Im Produkt sind demnach enthalten:
18,8% „Laurinsäureamidester" und **81,2% Laurinsäureäthanolamid.**

Eingeg. 21. Dezember 1942. (Das Manuskript zu vorstehender Abhandlung wurde am 2. Juli 1942 bei der Redaktion der Chemiker-Ztg. als „Versiegeltes Schreiben" hinterlegt. [A. 4.]

ZUSCHRIFTEN

Dehydrierung mittels Chloranil.

Zu der unter gleichem Titel erschienenen Zuschrift[1]) möchte ich bemerken, daß die Methode der Dehydrierung hydroaromatischen Wasserstoffes mittels Chloranil, die von *R. T. Arnold* u. Mitarb.[2]) beschrieben wurde, nicht neu ist. *Clar* u. *John*[3]) haben bereits im Jahre 1930 die Dehydrierung des Dihydro-pentacens in siedendem Xylol mit Chloranil zum Pentacen beschrieben. In der Folge habe ich dann diese Methode noch mehrmals angewandt.

Doz. Dr. E. Clar, Privatlaboratorium, Herrnskretschen, Sudetenland.

[1]) Diese Ztschr. **56**, 151 [1943]. [2]) J. Amer. chem. Soc. **16**, 1407 [1939]; **62**, 983 [1940].
[3]) *E. Clar* u. *Fr. John*, Ber. dtsch. chem. Ges. **63**, 2975 [1930].

VERSAMMLUNGSBERICHTE

Deutsche Bunsen-Gesellschaft

Diskussionstagung am 26. u. 27. März 1943 in Frankfurt a. M.

zum Thema

Grundlagen und Methodik physikalisch-chemischer Konstitutionsbestimmungen

Nach einer Begrüßung des Gauamtsleiters für Technik, Dr. Kränzlein, Höchst, eröffnete der Vorsitzende, Prof. Dr. Thießen, Berlin-Dahlem, die von der Arbeitsgemeinschaft „Physikalisch-chemische Konstitutionsbestimmungen" veranstaltete und von Prof. Dr. E. Müller, Frankfurt a. M., vorbereite Diskussionstagung und verkündete u. a. die Verleihung eines Stipendiums von 1500 RM. aus dem Rudolf-Schenk-Fonds der Deutschen Bunsen-Gesellschaft an Doz. Dr. K. Schäfer, Physikal.-chem. Inst. Göttingen.

Anschließend hielt den Einführungsvortrag Prof. Dr. **E. Müller**, Frankfurt a. M., *Die Entwicklung des Konstitutionsbegriffes*[1a]).

Zum Thema „*Lichtabsorption und Konstitution*" gab Prof. G. Scheibe, München, eine Zusammenfassung, der ein eigenes Referat sowie solche von Prof. Dr. M. Pestemer, Kiel, und Doz. Dr. Mayer-Pietsch, Graz, zugrunde lagen[1b]):

G. Scheibe, Hartwig, u. **Müller,** München: *Die Richtungsabhängigkeit der Lichtabsorption von Chromophoren und ihre Verwendung zur Untersuchung des räumlichen Aufbaus komplizierterer Moleküle*[2]).

Aus früheren Arbeiten wurde schon gefolgert, daß die Lichtabsorption sowohl einzelner Moleküle als auch von Molekülaggregaten in verschiedenen Richtungen des Raums völlig verschieden sein kann. Um diese Erscheinung experimentell zu untersuchen, ist eine Ausrichtung der Moleküle notwendig. Die verschiedenen Möglichkeiten einer solchen Ausrichtung werden besprochen.

Am Beispiel des Hexamethylbenzols wird im Ein-Kristall mit lauter parallel liegenden Ringen die Absorption untersucht

[1a]) Vgl. S. 201. [1b]) Vgl. Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. **49**, 361, 368, 372 [1943].

[2]) Vgl. a. diese Ztschr. **52**, 631 [1939].