

Darauf wird schnell nach Zugabe von Phenolphthalein mit konz.  $\text{HNO}_3$  sauer gemacht und einige Min. bis zur vollständigen Vertreibung von  $\text{SO}_2$  gekocht. Das Abfiltrieren des Silberjodidniederschlages ist in diesem Falle unnötig.

Nach dem Abkühlen wird mit Stärkelösung und Jodlösung versetzt und sodann mit einer n/30-KJ-Lösung titriert. Der Endpunkt der Titration wird durch mehrmaliges Titrieren mit n/30- $\text{AgNO}_3$ - und n/30-KJ-Lösung ermittelt. Auch Titration nach *Mohr* führt zu guten Analysenwerten.

Testanalysen ergaben bei Halbmikroeinwaagen Analysenwerte, die auf  $\pm 1\%$  übereinstimmten.

## 2,4,6-Triphenylphenoxy, ein wirksamer Polymerisationsinhibitor

(Kurze Mitteilung)

Von

**J. W. Breitenbach, O. F. Olaj und A. Schindler**

Aus dem I. Chemischen Institut der Universität Wien

(Eingegangen am 3. Dezember 1957)

Ein neues, verhältnismäßig stabiles Sauerstoffradikal, 2,4,6-Triphenylphenoxy (TPP), das in Lösung mit dem Dimeren (Di-TPP) im meßbaren Gleichgewicht steht, haben *Dimroth* und Mitarbeiter<sup>1</sup> durch Oxydation des 2,4,6-Triphenylphenols dargestellt. Dieses Radikal schien uns besonders im Zusammenhang mit den Problemen, die wir in früheren Arbeiten über die Polymerisationsverzögerung durch Chinone angetroffen hatten, einer Untersuchung seines Verhaltens bei der Polymerisation ungesättigter Verbindungen wert zu sein<sup>2</sup>.

Wir berichten hier über das Ergebnis einiger orientierender Versuche mit *Styrol* und *Acrylnitril*.

1. *Styrol* wurden je  $1 \cdot 10^{-3}$  Mole Azoisobuttersäurenitril (AIBN) und Di-TPP pro Mol Styrol zugesetzt. Es bildet sich eine violettgefärbte Lösung. Bei einer Reaktionstemperatur von  $50^\circ$  ist die durch das Radikal verursachte Färbung nach höchstens 15 Min. verschwunden. Während dieser Zeit wird kein durch Methanol fällbares Polymeres gebildet. Praktisch mit derselben Geschwindigkeit wird aber das TPP auch ohne Zusatz von AIBN umgesetzt. Es treten also so rasche Reaktionen (Addition an die Doppelbindung, vielleicht auch Substitution des Benzolkernes) zwischen Styrol und TPP auf, daß demgegenüber der Verbrauch durch die Polymerisation nicht ins Gewicht fällt.

<sup>1</sup> *K. Dimroth, F. Kalk, G. Neubauer*, Chem. Ber. **90**, 2058 (1957).

<sup>2</sup> Herrn Prof. Dr. *K. Dimroth* danken wir bestens für die freundliche Überlassung einer Probe des reinen festen Di-TPP.

2. *Acrylnitril* gibt bei Gegenwart von TPP bei Anregung mit AIBN keine Trübung durch Abscheidung von Polymeren. Es findet auch hier eine Reaktion zwischen dem Monomeren und TPP ohne Gegenwart eines Polymerisationsstarters statt, die allerdings bei 50° etwa 40mal langsamer verläuft als beim Styrol. Hier ist es daher durch Verwendung eines sehr wirksamen Starters möglich, den durch die Polymerisation bedingten Umsatz des TPP zu messen. Wir haben zu diesem Zweck o-Chlorbenzoylperoxyd verwendet.  $5 \cdot 10^{-3}$  Mole o-Chlorbenzoylperoxyd und  $0,5 \cdot 10^{-3}$  Mole Di-TPP pro Mol Acrylnitril lassen bei 50° nach 25 Min. die durch das TPP-Radikal bedingte Rotfärbung verschwinden; ohne Starter bleibt die Farbe etwa 6 Stdn. bestehen. Solange die Lösung noch gefärbt ist, bleibt sie völlig klar, erst nach der Entfärbung tritt die durch das Peroxyd hervorgerufene Polymerisation, erkennbar an der entstehenden Trübung, ein. Unter diesen Umständen kann man das TPP zur Bestimmung der Startgeschwindigkeit der Polymerisation verwenden, wofür es wegen der Ausschaltung von Mischpolymerisations- und Übertragungseffekten besser als die Chinone geeignet sein wird. Versuche in dieser Richtung sind im Gange.

## Versuch zur Isolierung einiger Substanzen aus der Wurzel von *Peucedanum alsaticum* L.

(Kurze Mitteilung)

Von

V. Dadák

Aus dem Chemischen Institut der Medizinischen Fakultät der  
Palacký-Universität in Olmütz, Tschechoslowakei

(Eingegangen am 3. Oktober 1957)

Beim Versuch, eine instabile antibiotische Substanz aus *Peucedanum alsaticum* L. zu isolieren, wurden aus der Wurzel dieser Pflanze Phytosterin und D-Mannit gewonnen. Mit Hilfe der Papierchromatographie wurde der Nachweis von Saccharose, Glucose und Fructose erbracht.

Die Gattung *Peucedanum* (*Daucaceae*) ist in Mitteleuropa durch zahlreiche Arten vertreten. *Wehmer*<sup>1</sup> und *Klein*<sup>2</sup> geben an, bei den einzelnen Repräsentanten dieser Gattung Terpene, höhere Alkohole, Carbonsäuren, Alkaloide, Cumarine und Flavone gefunden zu haben. Aus einigen Arten der Gattung *Peucedanum* wurden von *Späth* und Mit-

<sup>1</sup> C. Wehmer, Die Pflanzenstoffe, S. 559. Jena. 1911.

<sup>2</sup> G. Klein, Handbuch der Pflanzenanalyse. Wien. 1932. Spezielle Analyse I. und II. Teil. Organische Stoffe I. und II. Teil.