

tuale Zusammensetzung, welche nunmehr der eigentlichen Prüfung auf Richtigkeit zu unterwerfen ist.

Zu diesem Zwecke berechnet man:

Nach (6) würden zu einem Gehalte von 3,99 CO<sub>2</sub> und 6,82 H<sub>2</sub> gehören:

ein CO-Gehalt von  $34,70 + 0,306 \cdot 6,82 - 1,65 \cdot 3,99 = 30,19$  CO;  
oder nach (7) zu einem Gehalte von 31,27 CO und 6,82 H<sub>2</sub>:

ein CO<sub>2</sub>-Gehalt von  $20,99 + 0,185 \cdot 6,82 - 0,605 \cdot 31,27 = 3,34$  CO<sub>2</sub>  
oder nach (8) zu einem Gehalte von 3,99 CO<sub>2</sub> und 31,27 CO:

ein H<sub>2</sub>-Gehalt von  $5,40 \cdot 3,99 + 3,267 \cdot 31,27 - 113,37 = 10,34$  H<sub>2</sub>.

Das so gewonnene Resultat möge tabellarisch zusammengestellt werden:

Zu einem Gehalt von	gehört theoretisch ein Gehalt von	Also wurde gegen den laut Ausgangsanalyse vorhandenen Gehalt von	eine Differenz D in Vol-% „gefunden“ gegen „berechnet“ von
entwed. 3,99 CO <sub>2</sub> und 6,82 H <sub>2</sub>	30,19 CO	31,27 CO	entweder D <sub>1</sub> = +1,08% CO [nach (9)]
oder 31,27 CO und 6,82 H <sub>2</sub>	3,34 CO <sub>2</sub>	3,99 CO <sub>2</sub>	oder D <sub>2</sub> = +0,65% CO <sub>2</sub> [nach (10)]
oder 3,99 CO <sub>2</sub> und 31,27 CO	10,34 H <sub>2</sub>	6,82 H <sub>2</sub>	oder D <sub>3</sub> = -3,52% H <sub>2</sub> [nach (11)]

Man kann sich aber auch die Berechnung nach den Formeln (7, 8) und (10, 11) ersparen, indem man die Werte D<sub>2</sub> und D<sub>3</sub> direkt aus D<sub>1</sub> ableitet; dann ist nach (12) und (13):

$$D_2 = +D_1 \cdot 0,605 = +0,65 \text{ CO}_2; \text{ und}$$

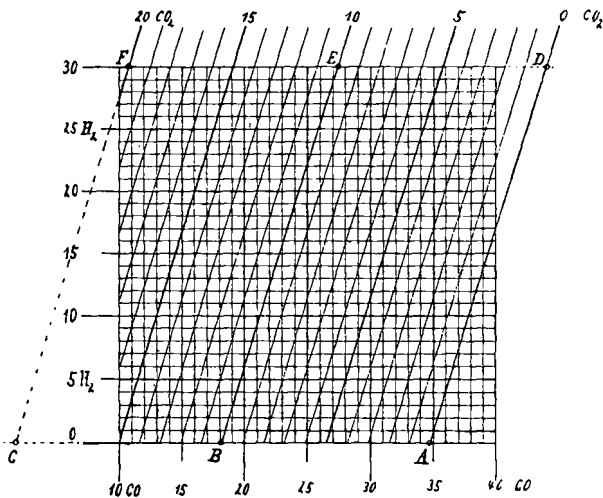
$$D_3 = -D_1 \cdot 3,267 = -3,53 \text{ H}_2; \text{ also dasselbe Resultat.}$$

Überdies ist die Berechnung von D<sub>2</sub> und D<sub>3</sub> überhaupt entbehrlich und hier nur der theoretischen Vollständigkeit halber durchgeführt.

Die Analyse des Generatorgases kann, da D<sub>1</sub> nicht wesentlich größer ist als 1, in Anbetracht der gegebenen Unterlagen als mit leidlicher Annäherung noch richtig bezeichnet werden.

b) Mit Zuhilfenahme des Schaubildes für die volumetrische Konstitution des idealen Generatorgases.

Statt die Sollwerte a, b, c für Kohlenoxyd, Kohlensäure und Wasserstoff mit Hilfe der oben angegebenen Formeln (6, 7, 8) zu berechnen, kann man sie viel schneller und bequemer graphisch ermitteln, indem man sie aus dem Schaubild für die volumetrische Konstitution des idealen Vergasungsgases direkt abliest. Zu diesem Zwecke ist das hier in Betracht kommende Teilfeld dieses allgemeinen Schaubildes<sup>7)</sup> gesondert aufgezeichnet (siehe Figur). Das Schaubild



gestattet es, wenn zwei von den drei Bestandteilen CO<sub>2</sub>, CO, H<sub>2</sub> des reinen Vergasungsgases zahlenmäßig gegeben sind, sofort abzulesen, wie hoch dann der zugehörige zahlenmäßige Wert für den dritten Bestandteil sein muß, wenn die Analyse richtig sein soll. Zum Beispiel kann man aus den entsprechenden Schnitt-

punkten sofort ablesen, daß zu 5,0% CO<sub>2</sub> und 5,0% H<sub>2</sub> rund 28% CO, oder zu 5,0% CO<sub>2</sub> und 28,0% CO rund 5% H<sub>2</sub>, oder zu 28,0% CO und 5,0% H<sub>2</sub> rund 5% CO<sub>2</sub> gehören.

Um eine Nachkonstruktion des Koordinatennetzes für den täglichen Gebrauch zu erleichtern, sind in folgender Zahlentafel 2 die Koordinaten der 6 Außenpunkte des Netzes angegeben:

Zahlentafel 2. (Siehe Figur.)

Punkt A	= 0 % CO <sub>2</sub> + 34,70% CO + 0 % H <sub>2</sub>
Punkt B	= 10,00% CO <sub>2</sub> + 18,17% CO + 0 % H <sub>2</sub>
Punkt C	= 20,00% CO <sub>2</sub> + 1,64% CO + 0 % H <sub>2</sub>
Punkt D	= 0 % CO <sub>2</sub> + 43,88% CO + 30,00% H <sub>2</sub>
Punkt E	= 10,00% CO <sub>2</sub> + 27,35% CO + 30,00% H <sub>2</sub>
Punkt F	= 20,00% CO <sub>2</sub> + 10,82% CO + 30,00% H <sub>2</sub>

Zur Vermeidung irrtümlicher Anwendung des Schaubildes sei hier nochmals betont, daß die darin dargestellte volumetrische Gesetzmäßigkeit nicht für Generatorgas schlechthin, sondern nur für das sog. reine Vergasungsgas gilt, welches aus dem laut technischer Gasanalyse vorliegenden eigentlichen Generatorgas erst auf rechnerischem Wege eliminiert werden muß.

(Schluß folgt.)

## Beiträge zur Wasseranalyse. II.<sup>1)</sup>

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Eingeg. 6./11. 1915.)

IV. Um bei der Bestimmung des in Wasser gelösten Sauerstoffs den störenden Einfluß der allenfalls vorhandenen salpetrigen Säure und den der organischen Stoffe zu vermeiden, hat Verfasser die Vorbehandlung des Wassers mit Chlorkalk- und Kaliumrhodanidlösung empfohlen<sup>2)</sup>. Die Sauerstoffbestimmung kann aber auch in der Weise ausgeführt werden, daß man die Kaliumrhodanidlösung nicht benötigt, statt dessen aber zweimal titriert.

Wird nämlich eine Wasserprobe vorher mit etwas Schwefelsäure und überschüssiger Chlorkalklösung versetzt, dann die Sauerstoffbestimmung auf jodometrischem Wege vorgenommen, so ist der Thiosulfatverbrauch das Maß der Summe des gelösten Sauerstoffs und des überschüssigen wirksamen Chlors. Wird dann die Flasche nochmals mit Untersuchungswasser gefüllt, dieselbe Menge Säure und Chlorkalklösung hinzugefügt wie beim ersten Versuche, endlich auf jodometrischen Wege jetzt nur mehr die Menge des überschüssigen Chlors gemessen, so ist der Unterschied im Thiosulfatverbrauch das Maß des gelösten Sauerstoffs.

Die Ausführung gestaltet sich wie folgt: Man beschickt die Sauerstoffflasche von etwa 250 oder 125 ccm in üblicher Weise mit dem Untersuchungswasser, fügt 10 bzw. 5 Tropfen 50%ige Schwefelsäure hinzu, gibt dann auf den Boden der Flasche 1,00 ccm Chlorkalklösung (eine filtrierte Lösung von 0,5 g Chlorkalk und 25 g Glaubersalz auf 100 ccm), verschließt mit den Glasstöpsel und schüttelt kräftig durch. Nach 10 Minuten wird die jodometrische Sauerstoffbestimmung vorgenommen. Man füllt dann die Flasche zum zweitenmal mit dem Untersuchungswasser, wobei man nicht mehr darauf zu achten braucht, daß das Wasser nicht mit Luft in Berührung komme, fügt dieselben Mengen Säure und Chlorkalklösung hinzu wie beim ersten Versuch, schüttelt durch und wartet wieder 10 Minuten. Man öffnet dann die Flasche und entnimmt so viel (3,0 bzw. 1,5 ccm) von ihrem Inhalt, als zusammen kaliumjodidhaltige Natronlauge (2,0 bzw. 1,0 ccm) und Manganochlorid- oder Manganosulfatlösung (1,0 bzw. 0,5 ccm) beim ersten Versuch benutzt wurde, löst in der Flüssigkeit ein Kristallbruchstück reines Kaliumjodid und mißt endlich das ausgeschiedene Jod mit derselben Thiosulfatlösung

<sup>1)</sup> Vgl. Angew. Chem. 28, I, 22 [1915].

<sup>2)</sup> Z. Unters. Nahr.- u. Genußm. 29, 121 [1915].

<sup>7)</sup> Hoffmann, a. a. O. J. f. Gasbel.

wie beim ersten Versuche. Ist die verbrauchte Menge Thiosulfatlösung beim ersten Versuche *b*, beim zweiten *c*, so ist das Maß des gelösten Sauerstoffs *b-c*.

Es wurde z. B. in beschriebener Weise dest. Wasser untersucht (mit Verwendung von 1,00 ccm Chlorkalklösung), das im Liter 1 mg  $N_2O_3$  enthielt und mit Luft gesättigt war. Um zu Vergleichszahlen zu gelangen, wurde dann noch mit Verwendung einer und derselben Flasche (von etwa 150 ccm) auch der Thiosulfatverbrauch des reinen dest. Wassers bestimmt, das bei demselben Wärmegrad und Druck mit Luft gesättigt war; die in diesem Falle verbrauchte Menge  $\frac{1}{100}$ -n. Thiosulfatlösung ist in der folgenden Tabelle mit *a* bezeichnet:

<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>b-c</i>
16,80 ccm	19,75 ccm	3,05 ccm	16,70 ccm
16,80 „	19,80 „	3,00 „	16,80 „
16,80 „	19,85 „	3,10 „	16,75 „

Ist das Verfahren richtig, so müssen die Zahlen *a* und *b-c* übereinstimmen, was innerhalb der Versuchfehlergrenzen auch wirklich der Fall ist.

Bei dieser Ausführungsform der Sauerstoffbestimmung ist besonders darauf zu achten, daß in beiden Fällen die zum Wasser hinzugefügte Menge der Chlorkalklösung genau dieselbe sei. Zum Abmessen der Chlorkalklösung benutzt man zweckmäßig eine recht enge (Durchmesser etwa 5 mm) kleine Bürette mit Hahn, deren Ausflußspitze auf etwa 10 cm verlängert ist.

Am genauesten läßt sich die Sauerstoffbestimmung an Ort und Stelle ausführen, und zwar am besten mit Verwendung von zwei möglichst gleich großen Flaschen; 1—2 ccm Raumunterschied bei den Flaschen von etwa 250 ccm verursacht keinen bemerkbaren Unterschied mehr. Man füllt die Flaschen mit dem Untersuchungswasser, fügt in beiden Flaschen die Chlorkalklösung hinzu, wartet 10 Minuten, gibt dann in die erste Flasche die kaliumjodidhaltige Natronlauge und die Mangansalzlösung, entnimmt der zweiten Flasche die nötige Menge Flüssigkeit und bestimmt den Wert *c*. Unterdessen hat sich der Niederschlag in der ersten Flasche gesetzt, so daß auch der Wert von *b* bestimmt werden kann.

Bei der Berechnung des Sauerstoffgehaltes des Untersuchungswassers wird natürlich der genaue Rauminhalt der ersten Flasche berücksichtigt, von welchem sowohl die Menge der hinzugefügten Säure und Chlorkalklösung, als die der Natronlauge und Mangansalzlösung in Abzug gebracht wird.

V. Zur Bestimmung der Alkalien in Trink- und Nutzwasser bringt Verfasser folgendes vereinfachtes Verfahren in Vorschlag, welches aber nur zur Untersuchung solcher Wässer geeignet ist, die organische Stoffe nur in geringer Menge enthalten.

Je nachdem ein an Chloriden und Nitraten reiches, oder ein an diesen armes Wasser vorliegt, werden zur Untersuchung 200—2000 ccm Wasser genommen. Die Wasserprobe wird in einer kleineren Platinschale mit *lg* reinstem gefällten Bariumcarbonat (zur Analyse), welches vorher mit etwas dest. Wasser zerrieben wurde<sup>3)</sup>, zur Trockne verdampft, um die Sulfate des Calciums und Magnesiums zu zersetzen. Der Schaleninhalt wird 5—6 mal mit je 10 ccm heißem dest. Wasser ausgelaugt, und das Filtrat, mit einigen ccm Salzsäure und 1 ccm Salpetersäure versetzt, in einer ganz kleinen etwas tieferen Glasschale von 50 ccm auf dem Dampf bade zur Trockne verdampft. Es werden dann in die Schale einige ccm Salzsäure gegeben und wieder eingetrocknet. Der Rückstand besteht hauptsächlich aus Natrium, Kalium- und Magnesiumchlorid. Man nimmt das Glasschälchen vom Dampf bade, gibt dann in die noch warme Schale 1 ccm gewöhnlichen absoluten Alkohol und zerreibt, ohne zu säumen, den Rückstand mit einer aus einem dickeren Glasstab selbstgefertigten kleinen Pistill zu möglichst feinem Pulver, was einige Minuten in Anspruch nimmt, so daß hierbei der größte Teile des Alkohols verdampft. Man gibt jetzt noch 1 ccm absoluten Alkohol

in das erkaltete Schälchen, mengt mit dem Salzpulver und fügt dann 1—2 ccm durch Destillieren gereinigten Isobutylalkohol hinzu. Man filtriert durch ein ganz kleines, mit Butylalkohol benetztes Filter und wäscht das Schälchen und Filter mit kleinen Mengen Butylalkohol aus, bis im ganzen 10 ccm Butylalkohol verbraucht wurden. Ist die Menge des Rückstandes sehr gering, so nimmt man zweimal je 0,5 ccm absoluten Alkohol und 5 ccm Butylalkohol. Hierdurch gelangt das Magnesiumchlorid in Lösung, während, praktisch genommen, die Gesamtmenge des Natrium- und Kaliumchlorids ungelöst zurückbleibt (vgl. Z. anal. Chem. 52, 628 [1913]). Man löst das im Schälchen und am Filter befindliche Salz in heißem dest. Wasser und trocknet die mit einem Tropfen Salzsäure versetzte Lösung in einem gewogenen Glasschälchen ein. Man arbeitet genauer, wenn auch langsamer, wenn man das Eintrocknen der Lösung in einem ganz kleinen Bechergläschen im Luftbade vornimmt. Das Salzgemenge wird nach dem Trocknen bei 150° gewogen; es besteht wesentlich aus den Chloriden des Natrium- und Kalium-Ions, die in der Untersuchungswasserprobe erhalten waren.

Das Salzgemenge enthält geringe Mengen von Sulfaten und Spuren von Magnesium, andererseits wird durch das Behandeln mit den Alkoholen eine geringe Menge von den Alkalichloriden gelöst. Da diese kleinen Versuchsfehler entgegengesetzt sind, ist das Ergebnis, wie die Versuche zeigten, vollauf zufriedenstellend.

Beim Eintrocknen der natrium-, kalium- und magnesiumchloridhaltigen Lösung mit Salzsäure und Salpetersäure werden zwar die organischen Stoffe zu Verbindungen umgewandelt, die sich teils verflüchtigen, teils durch den Äthyl- und Butylalkohol gelöst werden, es gelangen aber dennoch geringe Mengen veränderter organischer Stoffe in den Rückstand und vergrößern das Ergebnis. Eben deshalb ist dieses Verfahren, bei welcher das leicht zu Verluste führende Glühen absichtlich vermieden wird, wie schon erwähnt, nur zur Untersuchung solcher Wässer geeignet, die organische Stoffe in geringer Menge enthalten, während man im entgegengesetzten Falle zur Bestimmung der Gesamtmenge der Alkalien das bisherige Verfahren benutzt<sup>4)</sup>.

Um in den nach den hier beschriebenen oder mit einem anderen Verfahren erhaltenen, aus Alkalichloriden bestehenden Salzgemenge das Kalium möglichst einfach und doch genau zu bestimmen, scheidet man es als Kaliumhydrotrarat ab und titriert mit  $\frac{1}{10}$ -n. Lauge. Nach den Erfahrungen des Verfassers ist das titrimetrische Bestimmungsverfahren mindestens so genau wie die gewichtsanalytische Bestimmung in Form von Kaliumplatinchlorid. Dieses Verfahren, welches sich nicht nur bei der Wasseranalyse, sondern auch in anderen Fällen, zur Bestimmung des Kaliums neben Natrium empfiehlt, hat Verfasser schon in dem Werke Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden. VI. Aufl., Bd. II, S. 262, mitgeteilt, so daß es hier mit unwesentlichen Änderungen zum zweitenmal zur Beschreibung gelangt.

An Lösungen werden gebraucht:

1. Weingeistige Lithiumhydrotraratlösung. Man löst 0,5 g Lithiumcarbonat mit 2,0 Weinsäure in Wasser auf 100 ccm; zu dieser Lösung werden 50 ccm starker Weingeist (95%) zugesetzt. Man streut dann noch etwa 1 g reines Weinsteinpulver in die Flüssigkeit.

2. Verdünnter Weingeist mit Weinsäure gesättigt. Die Mischung von 100 ccm Wasser mit 50 ccm starkem Weingeist wird ebenfalls mit 1 g Weinsteinpulver versetzt.

Die Lösungen, welche dem Verderben nicht ausgesetzt sind, werden vorrätig gehalten. Bei Bedarf wird von dem Bodensatz die nötige Menge klarer Flüssigkeit abgesehen oder filtriert.

<sup>3)</sup> Hat man öfters die Bestimmung der Alkalien auszuführen, so hält man sich mit Wasser zerriebenes Bariumcarbonat vorrätig; man nimmt z. B. auf 10 g Bariumcarbonat 100 ccm dest. Wasser und benutzt von der aufgeschüttelten Flüssigkeit 10 ccm.

<sup>4)</sup> Tiemann-Gärtner, Untersuchung und Beurteilung des Wassers. IV. Aufl., S. 108. — Ohlmüller-Spitta, Untersuchung und Beurteilung des Wassers und Abwassers. III. Aufl. S. 158.

Das aus Kalium- und Natriumchlorid bestehende Salzgemenge löst man, wenn das Gewicht dessen nicht mehr als 0,1 g beträgt — wie dies gewöhnlich der Fall ist — in etwa 10 ccm Lösung 1; sollte das Salzgemenge mehr als 0,1 g wiegen, so wird entsprechend mehr Lösung 1 verwendet, nämlich die 100—150fache Menge des Grammgewichtes in Kubikzentimetern. Die Abscheidung des Kaliumhydrotartrats beginnt schon nach einigen Minuten, doch muß man bis zur vollständigen Ausscheidung etwa 2 Stunden warten. Während dieser Zeit ist die Glasschale oder das Bechergläschen bei möglichst gleicher Temperatur zu halten, ferner muß die Glasschale oder das Bechergläschen gut bedeckt gehalten werden (z. B. mit einem Glassturz, den man mit einigen Tropfen Weingeist befeuchtet hat), damit kein Weingeist verdampfe. Es ist auch angezeigt, den Niederschlag gelegentlich mit einem ganz kleinen Glasstabe aufzurühren. Nach Verlauf der angegebenen Zeit sammelt man den Niederschlag in einem kleinen Glastrichter, in welchen man einen Wattebausch von etwa 0,05 g Gewicht hineingedrückt und mit Lösung 2 benetzt hatte. Die Schale und der Niederschlag werden mit 10—20 ccm Lösung 2 gewaschen, darauf wird der Niederschlag in etwa 10 ccm kochendheißem Wasser gelöst, endlich das in Lösung befindliche Kaliumhydrotartrat mit carbonatfreier  $\frac{1}{10}$ -n. Natronlauge<sup>5)</sup> gemessen; am besten ist es, die Lauge auf reines Kaliumhydrotartrat einzustellen.

Es sollen nun einige Versuchsergebnisse mitgeteilt werden, die mit dem beschriebenen Verfahren erhalten wurden. Zu 500 ccm künstlicher Calciumhydrocarbonatlösung (Härte 20°) und ebensoviel Magnesiumsulfatlösung (Härte 20°) wurden abgemessene Mengen Natriumchlorid- und Kaliumnitratlösung hinzugefügt, dann die Bestimmungen in beschriebener Weise vorgenommen. Die Ergebnisse waren diese:

Angewendet			Gefunden		
NaCl + KCl	Na'	K'	NaCl + KCl	Na'	K'
174,8 mg	50,0 m	25,0 mg	176,4 mg	50,6 mg	25,0 mg
174,8 „	50,0 „	25,0 „	177,2 „	51,1 „	24,3 „
174,8 „	50,0 „	25,0 „	176,0 „	50,9 „	24,8 „

VI. Neuerdings sind versuchsweise auch massive Zinkröhren oder „galvanisierte“ Eisenröhren für Wasserleitungen in Gebrauch und scheinen immer mehr in Anwendung zu kommen, so daß in der Zukunft zinkhaltiges Leitungswasser zur Untersuchung öfters vorliegen dürfte. Der Nachweis des Zinkes kann auf folgende Weise erfolgen:

Es werden zweimal etwa 100 ccm klares Untersuchungswasser<sup>6)</sup> genommen und beide Proben mit je 1 ccm Salzsäure (10%) und mit 1—2 ccm Schwefelwasserstoffwasser oder ein Tropfen (nicht mehr!) Natriumsulfidlösung (10%) versetzt; zu der einen Wasserprobe werden jetzt noch 5 ccm Ammoniumacetatlösung (15%) hinzugefügt. Enthält das Wasser im Liter

10 mg Zink, trübt sich die Flüssigkeit fast sofort,  
5 mg Zink, trübt sich die Flüssigkeit in etwa  $\frac{1}{2}$  Minute,  
2 mg Zink, trübt sich die Flüssigkeit in etwa 1 Minute.

Die Vergleichsflüssigkeit bleibt, auch wenn das Wasser im Liter gleichzeitig 10 mg Ferroeisen enthält, wenigstens 5 Minuten lang völlig klar. In Gegenwart von Ferroeisen oder nach längerem Stehen trüben sich natürlich vom zur Ausscheidung gelangenden Schwefel beide Wasserproben, auch wenn kein Zink vorhanden ist. Weniger als 2 mg Zink im Liter lassen sich auf diese Weise nicht mehr sicher nachweisen; auch bei 2 mg ist die Trübung schon sehr schwach. —

<sup>5)</sup> Um zu carbonatfreier Lauge zu gelangen, löst man 4,0 g reinstes Natriumhydroxyd mit 100 ccm Kalkwasser in dest. Wasser auf 1000 ccm; die Lösung wird erst nach einigen Tagen benutzt.

<sup>6)</sup> Ist das Untersuchungswasser trübe, so muß es vorher filtriert werden. Bevor man aber das Filtrieren vornimmt, sättigt man die Wasserprobe mit Kohlendioxyd, um beim Filtrieren sicher keinen Zinkverlust zu erleiden. Nötigenfalls fügt man zu der mit Kohlendioxyd gesättigten Wasserprobe einige Tropfen Alaunlösung, um ein kristallklares Filtrat zu erhalten.

Über den Nachweis und die Bestimmung von Zinkspuren (auch neben Blei- und Kupfer) vgl. Angew. Chem. 26, I, 38 [1913].

Der Inhalt vorliegender Abhandlung läßt sich im folgenden zusammenfassen:

Es wurde versucht die alte jodometrische Sauerstoffbestimmung dahin abzuändern, daß der durch vorhandene Nitrite und organische Stoffe verursachte Fehler vermieden wird.

Zur Bestimmung der Alkalien in Wasser wurde ein teilweise neues Verfahren ausgearbeitet, bei welchem das leicht zu Verlusten führende Glühen umgangen wird; das Kalium gelangt auf maßanalytischem Wege zur Bestimmung.

Endlich konnten auch einige Angaben bezüglich des Zinknachweises in Leitungswasser gemacht werden. [A. 126.]

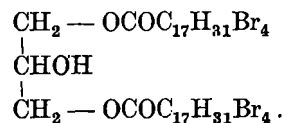
## Über Glyceride der Linolsäure.

Von AD. GRÜN und H. SCHÖNFELD.

(Schluß von S. 39.)

$\alpha, \alpha$ -Diglycerid der 9, 10—12, 13-Tetrabromstearinsäure

( $\alpha, \alpha$ -Di-9, 10—12, 13-Tetrabromstearin).



Zur Darstellung dieser Verbindung muß man durch längeres Erhitzen auf 100—110° vollkommen getrocknetes tetrabromstearinsäures Kalium verwenden. 20 g des Salzes werden mit etwas weniger als der berechneten Menge Dichlorhydrin (= 1,9 g) in einem 150 ccm fassenden Rundkolben im Wasserstoffstrom unter Rückflußkühlung während 10 Stunden auf 120—140° erhitzt. Nach etwa 3—4 Stunden sieht man die weiße Masse allmählich sintern, und nach 10 Stunden ist die Masse bis auf einen kleinen Rest flüssig. Dabei ist, um das Zusammenschmelzen zu beschleunigen, von Zeit zu Zeit Umschwenken erforderlich. Das erhaltene Rohprodukt, eine weiche, etwas schmierige Masse, wird darauf in fein verteilterm Zustande mit 200 g Äther 2 Stunden gekocht, möglichst schnell von unveränderter Seife und Chlorkalium abfiltriert, der Äther abdestilliert und der Rückstand in wenig warmem, absolutem Alkohol gelöst. Das Diglycerid ist in mäßig warmem Alkohol leicht löslich, zeigt also darin ein abweichendes Verhalten von den Diglyceriden der nicht halogenierten Stearinsäure, welche sich schwer in Alkohol lösen. Nach Filtrieren unter Eiskühlung wird kristallisiert, schnell abgesaugt, mit eiskaltem, absolutem Äther gewaschen und nochmals aus Alkohol kristallisiert. Das so gewonnene  $\alpha, \alpha$ -Ditetrabromstearin ist ein weißes, kristallinisches Pulver, das bei 71—72° schmilzt. (Eine Mischprobe mit dem aus  $\alpha, \alpha$ -Dilinolein durch Bromieren dargestellten Präparat schmolz bei derselben Temperatur.) Es ist leicht löslich in Äther und in warmem Alkohol.

Analyse:

0,1850 g Substanz gaben 0,2505 g CO<sub>2</sub> und 0,0960 g H<sub>2</sub>O  
0,1654 g Substanz gaben 0,2234 g CO<sub>2</sub> und 0,0872 g H<sub>2</sub>O  
0,1656 g Substanz gaben 0,1973 g Ag Br.

C <sub>39</sub> H <sub>68</sub> O <sub>5</sub> Br <sub>8</sub> :	Berechnet	Gefunden
C = 37,28%	36,92%	36,83%
H = 5,41%	5,80%	5,89%
Br = 50,95%	50,70%	

Versuche zur Überführung des  $\alpha, \alpha$ -Ditetrabromstearins in  $\alpha, \alpha$ -Dilinolein.

Bei diesen Versuchen durften selbstverständlich nur solche bromabspaltende Mittel angewendet werden, die nicht gleichzeitig verseifend wirken konnten. Dadurch war die