

m-Nitrophenyl- β -D-xyloside. The triacetyl compound (12.5 g) was suspended in cold absolute methanol (400 ml) and a freshly prepared solution of bariummethoxide (from Ba, 0.319 g and methanol, 10.5 ml) added. The mixture was kept at 4° overnight. The barium was removed as bariumcarbonate (CO₂) and the solution evaporated in vacuo. The residue was crystallized from ethanol or water yielding *m*-nitrophenyl- β -D-xylopyranoside as colorless crystals, m.p. 161 to 163°, (α)_D²⁵ —52° (c=2, methanol), (α)_D²⁵ —61° (c=2, methanol).

The latter xyloside (0.25 g) in a mixture of pyridine (1 ml) and acetic anhydride (2 ml) was kept at 100° for 30 min. The mixture was poured into water. The resulting solid was thoroughly washed with water and crystallized from isopropanol (1.5 ml) yielding *m*-nitrophenyl-2, 3, 4-tri-O-acetyl- β -D-xyloside (0.172 g) m.p. 128 to 130°, undepressed on admixture with a specimen prepared as described above.

m-Aminophenyl-2, 3, 4-tri-O-acetyl- β -D-xyloside. *m*-nitrophenyl-2, 3, 4-tri-O-acetyl- β -D-xyloside (2 g) in methanol (60 ml) was hydrogenated over 0.5 g 10% palladium-barium-sulfate at atmospheric pressure. The apparatus used was essentially that described by VOGEL⁴). When hydrogen uptake had ceased the mixture was filtered, evaporated in vacuo and crystallized from methanol (10 ml). Recrystallization from methanol yielded *m*-amino-phenyl-2, 3, 4-tri-O-acetyl- β -D-xyloside (1.2 g, 64%) as colorless crystals, m.p. 162°; (α)_D²⁵ —50°5 (c=2, CHCl₃). Found: CH₃CO, 35.4. Calcd, 35.2%.)

m-Aminophenyl- β -D-xyloside.

1. The triacetylcompound (1.7 g) was deacetylated with bariummethoxide as described above. The final product was an amorph light-yellow solid (0.7 g, 61%). It could not be crystallized and had m.p. 155 to 159°. — 2. *m*-Nitrophenyl- β -D-xyloside (1 g) in methanol (40 ml) was hydrogenated over 0.75 g 10% palladium-barium-sulfate at atmospheric pressure. The final product was dissolved in ethanol (15 ml), petroleum ether (b.p. 60 bis 80°) (7 ml) was added and the mixture kept at 4°. The resulting amorph solid (0.52 g, 57%) had m.p. 154 to 158°, undepressed on admixture with the product of deacetylation of *m*-amino-phenyl-tri-O-acetyl- β -D-xyloside, (α)_D²⁵ —47° (c=2, water), (α)_D²⁵ —57.5 (c=2, water). All attempts to crystallize the amorphous solid were unsuccessful as the product seems to decompose in solution. We wish to thank Prof. Dr. L. MAS-SART for his interest in this work.

Lab. voor Anorganische Scheikunde A, H.I.K.W., Rijks-universiteit, Gent, Belgium

M. CLAEYSENS and C. K. DE BRUYNE

Eingegangen am 22. November 1963

¹) BARCZAI-MARTOS, M., and F. KÖRÖSY: Nature **165**, 369 (1950). — ²) BRAUNS, D.H.: J. Am. Chem. Soc. **47**, 1280 (1925). — ³) WIESENBERGER, E.: Microchim. Acta **127** (1954). — ⁴) VOGEL, A.I.: A Textbook of Practical Organic Chemistry, 3. Ed., p. 471. London: Longmans, Green & Co. 1957.

Über neue Acetylenverbindungen mit organosubstituiertem Silicium, Germanium bzw. Zinn

Bei der Umsetzung der Halogenide der organosubstituierten Elemente Silicium, Germanium bzw. Zinn (R_{4-n}MeX_n; n=1, 2, 3) mit Phenylacetylenlithium in einem Gemisch von absolutem Äther und absolutem Benzol (3:1) unter einer Atmosphäre von getrocknetem Stickstoff wurden die neuen Phenylacetylenverbindungen vom Typ R_{4-n}Me(C≡C—C₆H₅)_n (n=1, 2, 3) erhalten. Bei der Reaktion von Trimethylzinn-

chlorid bzw. Tri-n-butylzinnchlorid mit Dinatriumdiacetylid in flüssigem Ammoniak konnten die neuen Bis-(trialkylzinn)-diacetylen-Verbindungen der allgemeinen Formel R₃Sn—C≡

Tabelle. Physikalische Eigenschaften und Analysenergebnisse

Verbindung	Sdp. °C	Smp. °C	n _D	—C≡C— cm ⁻¹ *)	Ausb. **)		Analysen ***)			Mol.- Gew.
					%	X	% C	% H	% Me	
CH ₃ Si(CCC ₆ H ₅) ₃	—	126	—	2150	70,5	Cl	86,6 86,4	5,2 5,3	8,1 8,0	346 339
(C ₂ H ₅) ₃ GeCCC ₆ H ₅	139—140 2mm	—	1,5391 19°	2160	59	Br	64,6 64,5	7,7 8,0	27,7 27,5	260 268
(n-C ₃ H ₇) ₃ GeCCC ₆ H ₅	147—149 4mm	—	1,5274 19°	2160	46	Br	67,2 67,1	8,8 8,9	24,0 23,8	302 311
(n-C ₄ H ₉) ₃ GeCCC ₆ H ₅	153 2mm	—	1,5110 19°	2160	62	J	71,0 72,8	9,3 9,1	19,8 19,7	344 335
(C ₆ H ₅) ₃ GeCCC ₆ H ₅	—	89	—	2190	82	Br	76,0 76,4	4,85 4,8	19,2 18,9	412 421
(C ₆ H ₁₁) ₃ GeCCC ₆ H ₅	—	102	—	2180	66	Br	73,8 73,6	9,0 9,1	17,2 17,5	422 407
(C ₂ H ₅) ₂ Ge(CCC ₆ H ₅) ₂	191—193 2mm	—	1,5935 19°	2150	72,5	Br	72,1 71,8	5,85 6,0	22,1 21,7	332 344
(i-C ₃ H ₇) ₂ Ge(CCC ₆ H ₅) ₂	205 2mm	—	1,5840 19°	2160	40	Cl	73,0 72,3	6,7 6,9	20,3 19,8	360 369
(C ₆ H ₅) ₂ Ge(CCC ₆ H ₅) ₂	—	82	—	2160	77,5	Br	78,3 78,3	4,7 4,6	17,0 17,2	428 419
C ₆ H ₅ Ge(CCC ₆ H ₅) ₃	—	108 —109	—	2160	52,5	Cl	79,1 78,0	4,4 4,7	16,5 16,1	452 460
(H ₂ C=CHCH ₂) ₂ SnR R= (CCC ₆ H ₅) ₃	Öl	—	1,6073 23°	2125	89,4	Br	65,4 64,7	5,0 5,5	29,4 29,5	403 413
C ₆ H ₅ Sn(CCC ₆ H ₅) ₃	—	105	—	2170	47	Cl	72,1 71,4	4,0 4,3	23,8 23,7	499 508
n-C ₄ H ₉ Sn(CCC ₆ H ₅) ₃	—	70	—	2170	63	Cl	70,2 69,6	5,0 5,2	24,8 24,6	479 462
(CH ₃) ₃ SnC ₄ Sn(CH ₃) ₃	—	140	—	2040	76,5	Cl	32 31,7	4,8 5,0	31,6 31,5	376 381
RSn ₄ SnR R= (n-C ₄ H ₉) ₃	Öl	—	1,5116 22°	2040	71	Cl	53,5 53,3	8,7 8,7	18,9 18,9	628 620

*) Valenzschwingung —C≡C—. **) Ausbeute, bezogen auf R_{4-n}MeX. ***) Analysenwerte, obere Zahl: berechnet, untere Zahl gefunden.

C—C≡C—SnR₃ mit guter Ausbeute isoliert werden. Die physikalischen Eigenschaften und die Analysenergebnisse der neuen Verbindungen sind in der Tabelle zusammengestellt. Die Untersuchungen insbesondere über das chemische Verhalten der neuen Substanzen werden fortgesetzt.

Institut für Anorganische Chemie der Technischen Hochschule, Braunschweig

H. HARTMANN, H. WAGNER, B. KARBSTEN, M. K. EL A'SSAR und W. REISS

Eingegangen am 30. November 1963

Zur Wasserpermeation durch die Froschhaut

Es gibt zwei Möglichkeiten, die Wasserpermeabilität biologischer Membranen zu charakterisieren: durch Messung des Wasserdurchtritts infolge einer osmotischen Druckdifferenz oder durch Messung des Durchtritts isotop markierter Wassermolekeln durch die Membran. KOEFOED-JOHNSON und USSING¹) konnten zeigen, daß Neurohypophysenextrakte den Nettofluß des Wassers durch isolierte Krötenhaut um 100 bis 200% erhöhen, während die Diffusionsgeschwindigkeit des Wassers nur wenig verändert wird. Neuere Untersuchungen über den Einfluß von Neurohypophysenhormon auf die Diffusion von Wasser durch die Wand der isolierten Krötenblase liegen von LEAF²) vor. Über Untersuchungen zur Wirkung von Neurohypophysenextrakten auf die Wasseraufnahme von Kröten, gemessen mittels Wägung, berichtete URANGA³). In beiden Fällen bewirken die Hormone eine Erhöhung des Wasserdurchtritts.

Bei im Mai und Juni 1963 durchgeführten orientierenden Untersuchungen über den Einfluß der Salzkonzentration einer Lösung auf die Diffusion von Wasser durch die Froschhaut in situ fanden wir, daß Frösche (*Rana temporaria* L.), die kurz