

Aminsäuren Resultate erwarten. So wurde zunächst das Oxamethan, das seiner Constitution nach dem Urethan am nächsten steht, der Untersuchung unterworfen und hat in der That einige Körper ergeben, die jedoch, wie andere ähnliche, noch einer genaueren Prüfung unterworfen werden sollen.

Nach einer andern Richtung laden diese Verbindungen ebenfalls zur Untersuchung ein, nämlich, ob es nicht gelingen wird, einzelne Theile der hinzuaddirten Urethanreste abzuspalten. Die bisher angewendeten Spaltungsmittel erwiesen sich jedoch fast alle zu stark; nur schwaches alkoholisches Ammoniak scheint von günstiger Wirkung zu sein und sollen weitere Versuche das etwaige Auftreten neuer Verbindungen bei diesem Prozesse darlegen.

### 310. J. A. Le Bel und A. Henninger: Ueber verbesserte Apparate zur fractionirten Destillation.

(Eingegangen am 29. Juli.)

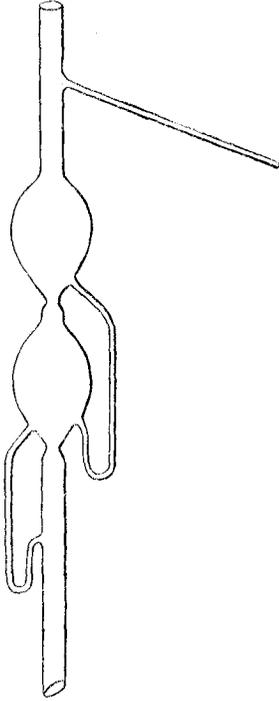
Die Apparate, welche man zur Trennung der Flüssigkeiten durch Destillation anwendet, sind sehr mannigfaltig; der, während langer Zeit fast allgemein gebrauchte, ist der Glasaufsatz mit kugelförmigen Erweiterungen von Wurtz. Wenn man den Kugeln grosse Dimensionen giebt, so leistet dieser Apparat bei der Rectification von Flüssigkeiten, deren Siedepunkt  $150^{\circ}$  übersteigt, ziemlich gute Dienste; immer jedoch ist die Trennung sehr langwierig und erfordert eine grosse Anzahl wiederholter Destillationen.

Verfügt man über grosse Substanzmengen, so liefert der Rückflusskühler, welcher aus einer, in geeignetem Bade auf eine constante Temperatur erhitzten Schlangenröhre besteht, gute Resultate; der Apparat ist jedoch zu complicirt, die Beaufsichtigung muss eine sehr wachsame sein und nur in seltenen Fällen wird er in einem Laboratorium Anwendung finden können.

Linnemann<sup>1)</sup> hat an dem Kugelaufsätze eine sehr wesentliche Verbesserung angebracht, indem er in die Röhre desselben fingerhutartige Näpfchen aus Platindrahtnetz einschob; die Vorrichtung nähert sich durch ihre Construction und ihre Wirkungsweise den in der Industrie gebrauchten Dephlegmatoren. Man kann übrigens die Wirksamkeit des Apparates durch eine kleine Abänderung noch erhöhen; man hat nur dem Glasaufsätze die Form des Wurtz'schen Kugelapparates mit 4—5 Kugeln von ungefähr 5—7 Centim. Durchmesser zu geben und die Platinnäpfchen in die kurzen Röhrenstücke zwischen je zwei Kugeln anzubringen.

<sup>1)</sup> Annalen Chem. u. Pharm., Bd. 160, S. 195.

Durch die grosse Oberfläche, welche die Kugeln der Luft darbieten, wird eine viel energichere Condensation der Dämpfe und folglich eine bessere Scheidung erzielt.



$\frac{1}{2}$  der natürlichen Grösse.

Der Linnemann'sche Apparat bietet aber einige Uebelstände, von denen der hauptsächlichste darin besteht, dass die Destillationen häufig unterbrochen werden müssen und folglich sehr langwierig sind und eine beständige Beaufsichtigung verlangen.

Wir haben versucht, eine vollkommene Vorrichtung zu finden und dabei soviel wie möglich die Dephlegmatoren (*appareils a colonne*) der Industrie nachzubilden. Doch müssen wir natürlich den Kühlapparat der Dephlegmatoren, der zur theilweisen Condensation der Dämpfe und Zurückleitung der condensirten Flüssigkeit in die Säule dient, bei Seite lassen und wir haben ihn dadurch zu ersetzen gesucht, dass wir die kugelförmigen Erweiterungen des Glasaufsatzes möglichst gross machten und ihre Zahl möglichst vermehrten. Nur auf diese Weise erzielt man bei Flüssigkeiten, deren Siedepunkt  $120^{\circ}$  nicht übersteigt, eine genügende Condensation; letztere muss nämlich mindestens die Hälfte, besser drei Viertel

oder mehr der verflüchtigen Flüssigkeit betragen, wenn eine rasche Scheidung erzielt werden soll.

Um nun in jeder Kugel ein Waschen der Dämpfe in der verdichteten Flüssigkeit und gleichzeitig einen regelmässigen Rückfluss der letzteren zu bewerkstelligen, haben wir mehrere Vorrichtungen versucht. Man kann einen gewöhnlichen Wurtz'schen Apparat dadurch in einen Dephlegmator umwandeln, dass man unter jeder Kugel mittelst eines lose gerollten Drahtnetzstreifens ein kleines Röhrchen befestigt, das etwas in die Kugel hineinreicht und sich auf der anderen Seite bis an den unteren Theil der darunterliegenden Kugel verlängert; die unter der ersten Kugel befestigte Röhre muss in die Flüssigkeit des Siedegefässes eintauchen; zweckmässig giebt man diesen Röhrchen am unteren Ende eine sehr kurze und scharfe Krümmung, damit die Dampfblasen nicht in dieselben eindringen können.

Führt man nun mit einem so hergerichteten Apparate eine De-

stillation aus, so sammelt sich die verdichtete Flüssigkeit in den Kugeln an und das untere Ende der Röhren taucht bald in die Flüssigkeiten ein, so dass die aufsteigenden Dämpfe genöthigt sind durch die Maschen der losen Drahtrolle zu dringen, die darüber angesammelte Flüssigkeit zu durchstreichen und daselbst ihre schwerflüchtigsten Theile zurückzulassen. Sobald der Stand der Flüssigkeit die obere Oeffnung des Röhren erreicht, fiesst sie durch letztere in die darunterliegende Kugel und zuletzt in das Siedegefäss zurück.

Der Gang des Apparates ist regelmässig und er liefert ganz vorzügliche Resultate; die Herrichtung desselben ist aber eine mühsame Arbeit und die Reinigung erfordert viel Zeit; diese Uebelstände sind bei dem Apparate den wir jetzt beschreiben wollen und dessen Wirksamkeit nicht im Mindesten der des vorigen nachsteht, beseitigt.

Derselbe besteht ebenfalls aus einer Röhre mit einer Reihe grosser kugelförmiger Erweiterungen; unter jeder Kugel ist die Röhre verengert, so dass die verdichtete Flüssigkeit durch die aufsteigenden Dämpfe am Niederfliessen verhindert wird und sich in der Kugel ansammeln kann; sollte dieses Resultat nicht erzielt sein, so vermindert man die Oeffnung mittelst kleiner Glasstücke oder besser, mittelst kleiner Ballen aus Platindraht. Der Rückfluss findet durch äussere, angeschmolzene enge Röhren *a b* statt, deren Krümmung die Dämpfe verhindert, diesen Weg einzuschlagen. Die Länge dieser Röhren muss hinreichend gross sein, damit die Flüssigkeit nicht durch den Druck, der im Siedegefässe und in den Kugeln herrscht, herausgeschleudert wird. Nebenstehende Figur stellt in  $\frac{1}{3}$  der natürlichen Grösse einen solchen Apparat mit 2 Kugeln zur Destillation von ungefähr 500 C. C. Substanz dar. Die Zahl und die Grösse der kugelförmigen Erweiterungen, welche der Apparat haben muss, hängen natürlich von der zu destillirenden Flüssigkeitsmenge und von der mehr oder weniger vollkommenen Trennung, die man erreichen will, ab; es ist übrigens immer sehr leicht zwei Apparate übereinander zu setzen und sie auf passende Weise (mittelst Kautschuck, Kork u. s. w.) zu vereinigen.

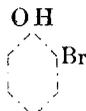
Wir sind bei diesem Apparate, als dem practischsten stehen geblieben, nachdem wir durch eine grosse Reihe Versuche seine Wirksamkeit festgestellt hatten; derselbe vermindert wenigstens um die Hälfte die Zeit, welche die Scheidung eines Flüssigkeitgemenges bei Anwendung des einfachen Wurtz'schen Glasaufsatzes erfordert. Mit dem neuen Apparate haben wir aus rohem Chlorbenzyl in drei Destillationen reines Chlorbenzyl isoliren können; ferner haben wir aus käuflichem Holzgeist, bei Anwendung eines Apparates mit 5 grossen Kugeln, nach zwei Destillationen  $\frac{2}{3}$  Aceton zwischen 56 und 58° siedend abscheiden können und dabei destillirten wir rasch genug um 3 Liter Destillat innerhalb ungefähr 6 Stunden aufzufangen.

Die neue Vorrichtung scheint uns vollkommener zu sein als der Apparat Linnemann's; sie kann mit grösster Leichtigkeit gereinigt werden, gestattet eine kontinuierliche Destillation und ergiebt endlich eine raschere Scheidung der Flüssigkeiten.

**311. H. Hübner: Bemerkung zu der Mittheilung von H. E. Armstrong und E. W. Prevost: „Ueber das Verhalten des bei 45° schmelzenden Nitrophenols gegen Brom und Chlor.“**

(Eingegangen am 29. Juli.)

H. E. Armstrong und E. W. Prevost<sup>1)</sup> haben aus Bromacetanilid (gebromtem Acetanilid) durch Ueberführung der acetylrten Amidogruppe in die Hydroxylgruppe ein Bromphenol gebildet, von dem sie vorauszusetzen scheinen, dass es Orthobromphenol:



sei, wohl weil sie mit Recht annehmen, das negative Brom und die positive Acetamidogruppe hätten sich in der Ausgangsverbindung benachbart gestellt.

Dies Orthobromphenol wurde nitriert und ergab ein bei 117° schmelzendes Bromdinitrophenol.

Später haben dieselben Forscher<sup>2)</sup> aus dem von Brenken und mir dargestellten Bromphenol (Schmp. 63 — 64°), welches man bis jetzt für Parabromphenol:



halten darf, durch Nitrierung dasselbe bei 117° schmelzende Bromdinitrophenol erhalten, neben einem zweiten isomeren, bei 78° schmelzenden Bromdinitrophenol.

Armstrong und Prevost schliessen nun, wenn ich ihre kurzen Andeutungen richtig verstehe: da aus dem Parabromphenol ein Abkömmling des Orthobromphenols<sup>3)</sup> entsteht (unter Bedingungen, welche eine Verrückung des in den Verbindungen vorhandenen Bromatoms nicht voraussetzen lassen), so muss das Parabromphenol, ob-

<sup>1)</sup> Diese Berichte VII, S. 406.

<sup>2)</sup> Diese Berichte VII, S. 922.

<sup>3)</sup> Unter der Voraussetzung, die Stellung des Broms und der Hydroxylgruppe in diesen Verbindungen sei schon sicher bekannt.