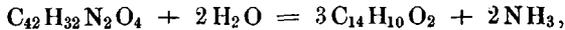


wird) und zwar ein Zwischenprodukt bei der Bildung des Benzilams (Azobenzils).

Hr. Zincke hat dagegen geglaubt, das Benzilam und das Benzilimid von je 3 Molekülen Benzil ableiten zu müssen, und es ist ihm dadurch die volle Bedeutung des von Hrn. Henius beobachteten Auftretens von Benzamid nicht klar geworden.

Was nun die dritte der Laurent'schen Verbindungen, das Imabenzil, betrifft, so ist die Zincke'sche Formel, $C_{42}H_{32}N_2O_4$, wohl die richtige. Ein kleines Molekulargewicht hier anzunehmen erscheint aus folgenden Gründen unstatthaft: die halbirtten Formeln verlangen, wie oben erwähnt, eine vorhergehende Spaltung von der Hälfte des an der Reaktion theilnehmenden Benzils unter Bildung von Benzoëssäure (Aethylbenzoat, Benzamid) und dafür ist nun die Ausbeute an Imabenzil, wie ich mich durch den Versuch überzeugt habe, zu gross. Ferner habe ich gefunden, dass das Imabenzil beim Kochen mit verdünnter Schwefelsäure fast genau sein eigenes Gewicht Benzil liefert, gemäss der Gleichung:



welche das Umgekehrte von der Zincke'schen Bildungsgleichung ist. Es sind folglich keine Benzoëssäure- oder Benzaldehydreste im Imabenzil enthalten und die Verbindung lässt sich nur von 3 Molekülen Benzil ableiten.

Ich werde über diesen Gegenstand ausführlicher berichten, sobald die experimentellen Resultate fertiggestellt sind.

London, den 30. April. Normal School of Science.

479. C. Winssinger: Ueber ein neues Siederohr zur fraktionirten Destillation.

(Eingegangen am 31. October.)

Durch Nachahmung der sinnreichen Apparate, welche in der Industrie im Grossen zur fraktionirten Destillation dienen, hat man in letzterer Zeit die Laboratoriumssiederöhre sehr verbessert; diese bringen bekanntlich entweder eine bestimmte partielle Condensation der Dampfmischungen hervor, oder sie bewirken eine möglichst vollkommene Berührung des aufsteigenden Dampfstroms mit den im Siedeapparat herunterfliessenden condensirten Flüssigkeiten.

Einige Chemiker haben versucht die Dämpfe hauptsächlich durch eine Condensation zu trennen, indem sie dieselben durch ein Kühlrohr, dessen Temperatur nur wenig unter dem Siedepunkt der flüchtigeren Flüssigkeit gehalten wurde, leiteten; jedoch mehrere wendeten sich

zum anderen Mittel und construirten kleine Siederöhre, welche ungefähr wie die Colonnenapparate bei der Spiritus-Rektifikation wirken.

Einer der besten Apparate nach erster Art mag wohl von Warren de la Rue¹⁾ gebaut worden sein, mit dessen Apparat man zu guten Resultaten kommt, aber da derselbe sehr complicirt ist und den Gebrauch eines Temperaturregulators erfordert, so bewährt er sich nur bei der Behandlung grösseren Flüssigkeitsmengen als zweckmässig.

Unter den Apparaten der anderen Art ist der von Lebel und Henninger²⁾ zu erwähnen, dessen Wirkung eine ausgezeichnete ist; doch hat er den Nachtheil zu hoch und zu zerbrechlich zu sein, dabei lässt er sich schwer reinigen und trocknen; ferner kann er auch bei kleineren Flüssigkeitsquantitäten nicht gut gebraucht werden.

Das neue Siederohr, welches ich bekannt machen will, ist aber gerade zum Fraktionniren beliebig kleiner Flüssigkeitsquantitäten bestimmt. Obwohl einfach und klein, ist doch seine Wirkung eine sehr scharfe, da es zu gleicher Zeit den zwei soeben erwähnten Arten angehört; es bringt nämlich eine vollständige Condensation bei einer bestimmten Temperatur, sowie eine dauernde Berührung der aufsteigenden Dämpfe mit den herunterfallenden Flüssigkeiten hervor.

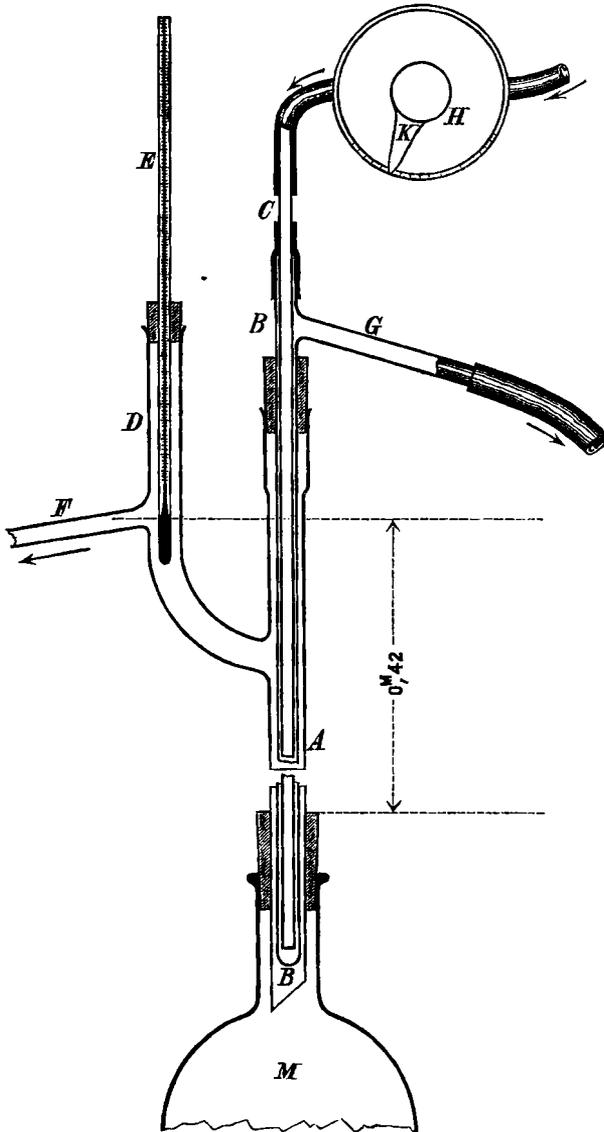
Der Apparat (siehe die Zeichnung S. 2642) besteht aus einer zweiarmigen Röhre *ADF*, die man senkrecht durch einen Korkpfropfen am Halse eines Kolbens *M* von beliebiger Grösse befestigt. Der Arm *D* ist mit einem Thermometer versehen und mündet durch *F* in einen Liebig'schen Kühler. Im Hauptarm *A* befindet sich eine zweite Röhre *B*; dieselbe ist unten zugeschmolzen und wird genau in der Mitte der *A*-Röhre durch einen länglichen, gut gebohrten Pfropfen gehalten.

Die *B*-Röhre, welche als inwendiger Kühler dient, umfasst ihrerseits eine enge Röhre *C*. Durch diese letztgenannte lässt man einen langsamen Wasser- oder Quecksilberstrom fließen, der dann zwischen *C* und *B* aufsteigt und schliesslich durch den Tubus *G* hinausfliesst. Das Wasser dient bei den unter 100°, das Quecksilber bei den höher siedenden Flüssigkeiten. In letzterem Falle lässt man das warme Quecksilber in einen mit frischem Wasser versehenen Scheidetrichter fließen und hebt es von Zeit zu Zeit ab, um es in den Halter zurück-

¹⁾ Zeitschrift für anal. Chemie 4, S. 243.

²⁾ Lebel und Henninger. Diese Berichte VII, S. 1084. — Dictionn. de Würtz. Suppl., pag. 664. — Compt. rend. T. 79, pag. 480. Siehe auch: Linnemann, Zeitschr. für anal. Chemie, Bd. 11, S. 207. — Brown, Zeitschr. für anal. Chemie, Bd. 20, S. 399 und Journ. of the chem. Soc. 1880, pag. 49. — Hempel, Zeitschr. für anal. Chemie, Bd. 20, S. 502. — Belohoubek, Zeitschr. für anal. Chemie, Bd. 20, S. 517. — Glinsky, Ann. Chem. Pharm. 175, S. 381.

zugießen. Ein mit einem Zeiger *K* und einer empirisch getheilten Scheibe versehener Schraubenquetschhahn *H* ermöglicht mit der grössten Genauigkeit den Wasser- resp. Quecksilberstrom nach der Temperatur,



die das Thermometer *E* angeben soll, zu reguliren. Jeder Stellung des Zeigers *K* entspricht eine vom Thermometer *E* angegebene

Maximaltemperatur, vorausgesetzt, dass der Bunsen'sche Brenner unter dem Kolben *M* eine constante Oeffnung behält. Es ist auch zweckmässig, diesen Brenner durch ein doppeltes Drahtnetz vom Kolben *M* fern zu halten.

Die Wirkungsweise dieses Apparates ist leicht zu ersehen: 1. Der Dampfstrom steigt zwischen der Röhre *A* und *B* auf und wird dort je nach der Stärke des Kühlstroms mehr oder weniger gekühlt ¹⁾. Der kleinsten Drehung des Hahns *H* entspricht sofort ein Steigen oder Sinken des Quecksilbers im Thermometer *E* und man ist daher im Stande, indem man den Zeiger *K* richtig stellt, mit voller Sicherheit die Scheidung der Dämpfe bei einer bestimmten Temperatur zu bewerkstelligen. — 2. Da der Zwischenraum der Röhren *A* und *B* sehr klein ist (1 mm ungefähr), so sind die aufsteigenden Dämpfe gezwungen, in längerer Berührung mit der herunterfliessenden Flüssigkeit zu bleiben.

Um eine wirksame Berührung der Dämpfe mit der Flüssigkeit herzustellen, braucht man nicht, wie man es manchmal zu glauben scheint, die Dämpfe durch die Flüssigkeit in Blasen aufgehen zu lassen, da eine aufsteigende Gasblase beinahe kugelförmig und diese Form die ungünstigste ist, die man sich nur denken kann, denn sie bietet bei einem bestimmten Volumen die kleinste Oberfläche. Es ist also zweckmässig, ein zu waschendes Gas durch schmale Spalten und nicht durch runde Löcher in eine Flüssigkeit zu leiten. Ein anderer Vortheil meines Apparates besteht darin, dass — nicht wie bei den mit Platinnetzen versehenen Siederöhren — die schwerer flüchtigen Theile immer rasch genug in das Siedegefäss zurückfliessen und sich nie oben ansammeln; indem man die Flamme gehörig regulirt, kann man ihr immer leicht die Stärke, deren ein bestimmtes Gemisch bedarf, geben.

Endlich will ich noch darauf aufmerksam machen, dass das ganze Siederohr nur glatte und gegen das Siedegefäss geneigte Wände bietet, so dass die schwerer flüchtigen Theile immer gänzlich in das Siedegefäss fließen, und dass man also im Stande ist eine Destillation bis zum letzten Tropfen fortzusetzen.

Zur Aufstellung des Apparates braucht man nur einen sehr kurzen Liebig'schen Kühler, da die in die Röhre *F* gelangenden Dämpfe schon so weit abgekühlt sind, dass sie sich dort beinahe ganz condensiren. Oft braucht man einfach nur die Röhre *F* in eine andere geneigte einzuführen.

Um die Handhabung des Apparates zu erleichtern, ist es zweckmässig, den Pfropfen des Siedegefässes selbst an einem Stativ zu be-

1) Selbstverständlich muss der ganze Apparat vor äusseren Luftzügen geschützt sein.

festigen, dies ermöglicht ein rasches Wechseln des Kolbens, ohne in die Lage zu kommen, das Siederohr zu zerbrechen.

Was die Handhabung des Apparates anbelangt, die wohl etwas Erfahrung und Aufmerksamkeit bedarf, möchte ich noch folgendes hinzufügen:

1. Damit die Röhre *B* keinen Temperaturstoss bekommt, ist der Hahn *H* im Moment des Siedens der Flüssigkeit zu öffnen, um bei Zeiten schon einen langsamen Kühlstrom durch *B* gehen zu lassen.

2. Sobald die Dämpfe das Thermometer erreicht haben, dreht man langsam den Hahn *H*, bis die Temperatur der entweichenden Dämpfe so tief wie möglich liegt.

3. Der Brenner wird so regulirt, dass ein genügendes Zurückfliessen eintritt.

4. Man überlässt den so eingerichteten Apparat sich selbst, bis das Ausfliessen durch *F* scharf abnimmt, was durch Schwankungen im Thermometer zu ersehen ist. Der Hahn *H* wird dann nur etwas geschlossen, um die Kühlung im Siederohr zu mindern, so dass man eine zweite Fraktion bekommt u. s. f.

Dieser Beschreibung sind noch die Belege beizufügen. Dieselben werden zeigen, wie scharf die Wirkung dieses Siederohrs ist:

1. Versuch. Ein Gemisch bestehend aus 100 ccm Aethylalkohol zu 93.3 pCt. (dem Volumen nach) und 100 ccm Wasser gab nach einer einzigen Destillation 82 ccm Alkohol zu 93.3 pCt.; bei Fortsetzung der Destillation bekam man schliesslich 96.5 ccm Alkohol zu 93.1 pCt., das heisst, beinahe die ganze Quantität Alkohol mit einer Stärke, die der ursprünglichen sehr nahe kommt und die bekanntlich durch Rektificiren nicht überschritten werden kann. Das Thermometer ist während der ganzen Zeit zwischen 78.4 und 78.5° stehen geblieben.

2. Versuch. 76.2 g (2 Theile) Methylalkohol (Sdp. 65—67°) wurden mit 38.1 g (1 Theil) Aceton (Sdp. 56.5—58°) vermischt.

Eine erste Fraktionirung gab folgendes Resultat:

56—58°	32.7 g (<i>A</i>)
58—62.7°	34.4 g (<i>B</i>)
Rest	46.2 g (<i>C</i>)
	113.3 g.

Der Theil *B* wurde alsdann nur einmal fraktionirt und demnach war die ganze Flüssigkeit wie folgt getheilt:

56—58°	46.5 g (<i>A'</i>)
58—62.7°	9.8 g (<i>B'</i>)
Rest	55.6 g
	111.9 g.

Schliesslich wurde noch der Theil *A'* der Destillation unterworfen, um seine Reinheit zu erproben; es ergab sich:

bei 56° beständig . . .	29.8 g	}	37.7 g
von 56 zu 57° . . .	6.4 g		
von 57 zu 58° . . .	1.5 g		
Rest und Verlust	8.8 g		
	46.5 g.		

3. Versuch. Ein Gemisch bestehend aus 50 g Benzol (Sdp. 80 bis 81°; Schmp. + 2.4°) und 50 g Toluol (109—110°) gab bei einer einzigen Destillation:

80—85°	39.1 g
Rest	57 g
Verlust	3.9 g
	100.0 g.

Der Theil 80—85° war krystallisirbar und schmolz bei — 2.8°.

Diese drei Versuche wurden mit dem abgebildeten Apparat (Seite 2642) vorgenommen; derselbe ist 0.42 m hoch, vom Pfropfen bis zur Thermoterkugel gerechnet. Ein kleinerer Apparat, von demselben Durchmesser aber nur 0.25 m hoch, ermöglichte noch die Trennung einer bedeutenden Menge Propylenchlorid aus dem sehr verwickelten Gemenge, welches man durch Einleiten von Chlor in Orthopropylchlorid bei Sonnenlicht bekommt. Das Produkt siedete bei 94 bis 95° und enthielt Cl = 62.87 pCt. anstatt 62.83 pCt. berechnet.

Brüssel, den 26. Oktober 1883.

480. Alfred Einhorn: Ueber das Orthonitrophenyl- β -Alanin. [Mittheil. aus dem chem. Laborat. der Akademie der Wissensch. zu München.]

(Eingegangen am 31. October.)

Als ich kürzlich das Lacton der Orthonitrophenyl- β -Milchsäure¹⁾ beschrieb, theilte ich gleichzeitig mit, dass dasselbe beim Erwärmen mit Alkalilauge oder Barytwasser sich mit Leichtigkeit in die Salze der Oxysäure überführen lässt.

Ganz anders als gegen Alkalien und alkalische Erden verhält sich das β -Lacton unter sonst ganz gleichen Umständen dem Ammoniak gegenüber.

Erwärmt man nämlich das fein gepulverte Lacton mit Ammoniak im Wasserbade, so löst sich dasselbe nach und nach auf, und beim

¹⁾ Diese Berichte XVI, 2203.