

dem Absaugen in der Kälte und mehrfachem Umkrystallisiren, sich stickstoff- und schwefelfrei erwiesen und die constanten F. P. = 69° und S. P. = 253° zeigten, welche nur auf Diphenyl, $C_6H_5 \cdots C_6H_5$, passen.

Phenylsulfid.

In dem schwefelhaltigen Oel, das vom Diphenyl abgesaugt wurde, vermuthete ich Phenylsulfid. Da dasselbe aber noch Diphenyl gelöst enthielt und nur wenig davon vorhanden war, konnte nicht an eine Trennung durch Fraktionirung gedacht werden. Um das Phenylsulfid nachzuweisen, führte ich daher dasselbe in Thioanilin über, das durch seine charakteristischen Reaktionen leicht erkannt werden musste. Das Oel wurde durch Behandeln mit concentrirter Salpetersäure nitriert, der Nitrokörper mit Zinn und Salzsäure reducirt, das Reaktionsprodukt alkalisch gemacht und mit Aether ausgeschüttelt. Der Aetherrückstand gab mit concentrirter Schwefelsäure beim Erwärmen eine violettblaue Lösung, die beim Verdünnen roth wurde. Die Lösung des Rückstandes erzeugte mit Eisenchlorid eine violette Färbung. Die gleichen Reaktionen zeigt aber das Thioanilin, so dass die Anwesenheit von Phenylsulfid, $(C_6H_5)_2S$, in dem Oel auf diese Weise sicher genug constatirt ist.

Das Resultat der vorliegenden Arbeit lässt sich kurz folgendermaassen zusammenfassen.

Bei der trocknen Destillation von benzolsulfosaurem Ammonium entstehen, neben Benzol als Hauptprodukt: geringe Mengen von Benzolsulfamid, Diphenyl, Phenylsulfid, Sulfobenzid, Phenylmerkaptan und Spuren von Chinolin.

Zürich, Laborat. des Hrn. Prof. V. Meyer.

116. M. J. Lazarus: Ueber fraktionirte Destillation im Wasserdampfstrom.

(Eingegangen am 24. Februar; mitgeth. in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Im hiesigen Laboratorium kam einmal der Fall vor, dass zwei Flüssigkeiten von einander getrennt werden sollten, von welchen die eine leicht flüchtig war, während sich die andere schon bei ziemlich niedriger Temperatur zersetzte. Da sich auch der sonst bei solchen Gelegenheiten angewendeten Fraktionirung im Vacuum Hindernisse in den Weg stellten, so habe ich versucht, ob es nicht möglich wäre, zwei Flüssigkeiten durch fraktionirte Destillation im Wasserdampfstrom von einander zu scheiden. Bekanntlich sieden, wie

A. Naumann gezeigt hat,¹⁾ mit Wasser nicht mischbare Flüssigkeiten im Wasserdampfstrom stets bei Temperaturen, welche unter dem Siedepunkte des Wassers liegen. Man hat es also bei einer solchen Fraktionirung mit Temperaturen zu thun, bei welchen eine Zersetzung der für sich nicht flüchtigen Substanz noch nicht zu befürchten ist. Ich habe nun, um die Möglichkeit der Fraktionirung im Wasserdampfstrom zu prüfen, eine Anzahl von rohen Versuchen angestellt, die gelegentlich in genauerer Form wiederholt werden sollen. Die Destillation wurde in einem nicht zu starken Dampfstrom unternommen und das Destillat in zwei bis drei Partien aufgefangen. Jede Partie wurde dann getrocknet und für sich fraktionirt, um ihre Zusammensetzung festzustellen.

Ich gebe nun die Versuche, die ich mit verschiedenen Flüssigkeitsmischungen anstellte.

1. 25 ccm Toluol und 25 ccm Nitrobenzol.

Fraktion	Temperatur	Volum	Gehalt an	
			Toluol	Nitrobenzol
1.	90—95 ^o	21 ccm	19 ccm	— ccm
2.	95—98 ^o	6 »	3.5 »	— »
3.	98 ^o	23 »	— »	23 »

Wiedergewonnen wurden 22.5 ccm Toluol und 23 ccm Nitrobenzol.

2. 25 ccm Benzol und 25 ccm Nitrobenzol.

Fraktion	Temperatur	Volum	Gehalt an	
			Benzol	Nitrobenzol
1.	96 ^o	23.5 ccm	22 ccm	— ccm
2.	96—98 ^o	4 »	1.75 »	— »
3.	98 ^o	22.5 »	— »	22.5 »

Wiedergewonnen 23.75 ccm Benzol und 23.5 ccm Nitrobenzol.

3. 30 ccm Nitrobenzol und 5 ccm Toluol.

Fraktion	Temperatur	Volum	Gehalt an	
			Toluol	Nitrobenzol
1.	95—98 ^o	6 ccm	4.25 ccm	— ccm
2.	98 ^o	29 »	— »	29 »

Wiedergewonnen 4.25 ccm Toluol und 29 ccm Nitrobenzol.

¹⁾ Diese Berichte X, 1421, 1819, 2014, 2099.

4. 25 ccm Toluol und 25 ccm Xylol.

Fraktion	Temperatur	Volum	Gehalt an	
			Toluol	Xylol
1.	84—91°	22 ccm	16.5 ccm	2 ccm
2.	91—98°	28 »	3 »	18 »

Wiedergewonnen 19.5 ccm Toluol und 20 ccm Xylol.

5. 25 ccm Benzol und 25 ccm Schwefelkohlenstoff.

Fraktion	Temperatur	Volum	Gehalt an	
			Schwefelkohlenstoff	Benzol
1.	64°	22 ccm	19 ccm	— ccm
2.	64—67°	6 »	3 »	— »
3.	67°	22 »	— »	21.5 »

Wiedergewonnen 22 ccm Schwefelkohlenstoff und 21.5 ccm Benzol.

6. 25 ccm Terpentinöl und 25 ccm Nitrobenzol.

Fraktion	Temperatur	Volum	Gehalt an	
			Terpentinöl	Nitrobenzol
1.	95—97°	21 ccm	19 ccm	— ccm
2.	97—98°	4 »	2 »	— »
3.	98°	25 »	— »	24 »

7. 25 ccm Anilin und 25 ccm Nitrobenzol.

Das Gemisch destillierte im Wasserdampfstrom bei 98° und wurde in zwei Fraktionen von je 25 ccm aufgefangen. Die erste Partie enthielt 15 ccm Anilin und 10 ccm Nitrobenzol, die zweite 10 ccm Anilin und 15 ccm Nitrobenzol.

Benzol und Toluol liessen sich auch bei Anwendung grösserer Quantitäten nicht scharf trennen.

Aus den eben angeführten Versuchen ist zu ersehen, dass sich Flüssigkeiten, deren Siedepunkte nicht allzu nahe bei einander liegen, durch die Fraktionierung im Wasserdampfstrom ganz gut von einander trennen lassen. Dieses Verfahren ist denn auch im hiesigen Laboratorium mit Erfolg angewendet worden, um Jodthiolen und Toluol, sowie Jodthioxen und Xylol von einander zu scheiden, was bisher mit grossen Schwierigkeiten und Verlusten verknüpft war, da die beiden Jodverbindungen schon bei verhältnissmässig niedrigen Temperaturen zersetzlich sind.

Zürich, Laboratorium des Prof. V. Meyer.