

anwendbaren Erhitzungsflüssigkeiten. Wir sind eben damit beschäftigt, Dampfdichtebestimmungen im Dampf siedenden Zinnchlorürs vorzunehmen, und hoffen, dass die 3 Körper:

Schwefel (448°) Phosphorsulfid (518°) Zinnchlorür (606°),
eine für derartige Untersuchungen nützliche Reihe von fixen Temperaturpunkten liefern werden.

Göttingen. Universitäts-Laboratorium.

5. Victor Meyer: Zur Darstellung der β -Jodpropionsäure.

(Eingegangen am 30. Decbr.; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Das vereinfachte Verfahren zur Darstellung der β -Jodpropionsäure, welches ich vor einiger Zeit¹⁾ beschrieben habe, hat sich nach vielen im hiesigen Laboratorium gesammelten Erfahrungen als sehr bequem erwiesen. Dagegen ist mir von massgebendster Seite privatim die freundliche Mittheilung gemacht worden, dass die Ausbeute beim Arbeiten nach demselben unbefriedigend ausgefallen sei. Diese Mittheilung hat mich veranlasst, das Verfahren nochmals durchzuarbeiten, und ich habe mich dabei überzeugt, dass in meiner ersten Mittheilung allerdings die Punkte nicht genügend klar hervorgehoben worden sind, welche nothwendig beobachtet werden müssen, wenn eine gute Ausbeute erzielt werden soll. Es scheint mir daher, dass es für manchen Fachgenossen nützlich ist, wenn ich das Verfahren etwas genauer beschreibe.

Die entweder von selbst eintretende oder durch gelindes Erwärmen eingeleitete Reaction vollzieht sich unter gewaltsamer, stromweiser Entwicklung von Jodwasserstoffsäure, aber sie vollendet sich dabei nicht. Nachdem die erste stürmische Reaction vorüber, ist es nothwendig, die Flüssigkeit noch so lange, als Jodwasserstoff entweicht, auf dem kochenden Wasserbade zu erhitzen. Es ist wichtig, dass der für die Bereitung des Jodphosphors dienende gelbe Phosphor frisch und noch möglichst wenig in die dunkle Modification umgewandelt ist.

Während der gesammten Reaction, sowohl während der ersten stürmischen Phase, als während der nachträglich beim Erwärmen auf dem Wasserbade eintretenden, verliert man absolut keine Jod-

¹⁾ Diese Berichte XIX, 3294.

wasserstoffsäure, sondern dieselbe lässt sich, selbst bei rapidem Eintreten der ersten Reaction, vollkommen in Wasser absorbiren. Ich verbinde zu diesem Zwecke den Reactionskolben mit einem zweimal rechtwinkelig gebogenen, sehr weiten Gasentbindungsrohr, welches in einen offenen, halb mit Wasser gefüllten Kolben führt und etwa 1 cm über dem Spiegel des Wassers endet. Das Gas wird dann vom Wasser vollkommen absorbirt, und durch Rectification der erhaltenen Lösung erhält man die entwichene Säure in Gestalt von constant bei 127° siedendem, wässrigem Jodwasserstoff zurück.

Nach Beendigung der Reaction lässt man erkalten, die Flüssigkeit erstarrt dann zu einem Krystallbrei von hellgelb gefärbter Jodpropionsäure. Nach dem Absaugen der Krystalle wird die Mutterlauge eingedampft und so noch eine zweite Krystallisation gewonnen.

Die rohe Glycerinsäure, welche ich, im Gegensatz zu dem älteren Verfahren, verwende, enthält zwar ausser Glycerinsäure noch Oxalsäure, Glycerin und andere Körper; aber keiner derselben giebt mit Jodphosphor eine krystallisirende Verbindung, so dass die Reinheit der Jodpropionsäure nicht beeinträchtigt wird.

Das Glycerin wird zum Theil in Jodäthyl resp. Jodisopropyl verwandelt, von denen man geringe Mengen als Oel in dem vorgelegten Wasser findet. Diese gehen bei der späteren Rectification des wässrigen Jodwasserstoffes mit dem Wasserdampf vor der Jodwasserstoffsäure über.

Aus 50 g Jod erhält man so regelmässig 30 g β -Jodpropionsäure, ausserdem gewinnt man 30 g constant siedende Jodwasserstoffsäure — eine Ausbeute, die in Rücksicht auf die grosse Ersparniss an Zeit und Arbeit, welche durch das Fortfallen jeder Operation mit Bleisalzen, Schwefelwasserstoff, Waschwasser u. s. w. bedingt wird, als eine sehr befriedigende bezeichnet werden muss.

Auf Grund vieler in jüngster Zeit von meinen Schülern gemachten Erfahrungen glaube ich versichern zu dürfen, dass, wer einmal nach diesem Verfahren gearbeitet hat, sich schwerlich entschliessen wird, zu der umständlicheren älteren Methode der vorgängigen Reindarstellung der Glycerinsäure zurückzukehren.

Den HHrn. Knövenagel und Dr. Demuth, die mir bei diesen Versuchen wesentliche Hilfe geleistet haben, spreche ich meinen besten Dank aus.

Göttingen. Universitäts-Laboratorium.
