

nur unter Abschluss der Feuchtigkeit, sondern auch dem des Sauerstoffs operirt werden, so kann vor der Beschickung des Apparates die Luft von *E* aus durch ein indifferentes Gas verdrängt und dieses auch nach beendigtem Versuch von *C* aus eingeführt werden.

Die Skizze zeigt einen dieser von mir benutzten Apparate in ungefähr $\frac{1}{3}$ der natürlichen Grösse. Man kann ihn aber mit den Hilfsmitteln eines jeden Laboratoriums fast eben so leicht in beträchtlich grösseren Dimensionen ausführen. Fertig zusammengestellt und in hübscher Ausstattung wird er von der Firma C. Gerhardt in Bonn geliefert.

Heidelberg, im Januar 1889.

49. J. W. Brühl: Sublimations-Apparate.

(Eingegangen am 30. Januar.)

Gelegentlich einer Untersuchung, bei welcher ich häufig in die Lage kam, die Reinigung von Präparaten durch Sublimation zu bewerkstelligen, habe ich mir einige einfache Vorrichtungen anfertigen lassen, die jene Operation zu einer ebenso raschen als eleganten machen und

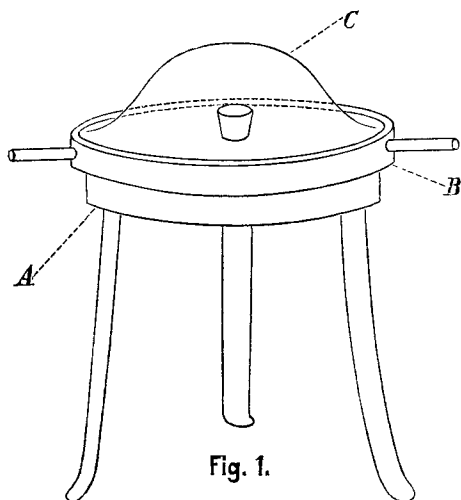


Fig. 1.

deren Beschreibung daher manchem Fachgenossen von Nutzen sein dürfte.

Ein, namentlich für leicht schmelzbare Substanzen geeigneter Apparat ist in Fig. 1 in perspectivischer Ansicht dargestellt. *A* ist

ein gewöhnlicher eiserner Dreifuss, auf welchem die kreisförmige, flache Dose *B* ruht. Dieselbe besteht aus vernickeltem Messingblech, hat in der Mitte einen zur Aufnahme eines Metalltiegels bestimmten Ausschnitt von der Gestalt eines abgestumpften Kegels, dessen Basis nach unten gerichtet ist, und an der Peripherie, gegenüber liegend, zwei angelöthete Schlauchspitzen, vermittelt welcher kaltes Wasser durch das Kästchen geleitet wird. Dieses Kühlgefäss wird bedeckt mit der flachen Glasschaale *C*, deren Rand abgeschliffen ist. Aus dem Querschnitt Fig. 2 ist ersichtlich, dass zur Erwärmung des Tiegels, welcher die zu sublimirende Substanz enthält, ein ganz kleines Flämmchen genügt, da der Tiegel von dem Kühlgefäss nur an einer Linie berührt und daher kaum abgekühlt wird. Es ist zweckmässig einen solchen von länglicher Form zu benutzen, möglichst dünnwandig und aus gut leitendem Metall: Platin, Kupfer oder dergleichen. Wählt man die Glasschaale *C* ziemlich flach, so condensirt sich nur wenig an derselben und fast das ganze Sublimat setzt sich auf den gekühlten Boden, von dem es sich sehr bequem abheben lässt. Man erhält

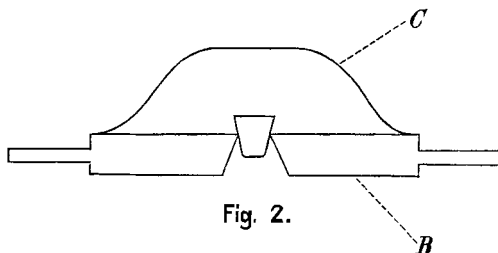


Fig. 2.

mit Leichtigkeit wohl ausgebildete Krystalle. Bei der Raschheit der Operation kann selbst mit einem kleinen Apparat, dessen Durchmesser ca. 15 cm und Höhe 1.5 cm beträgt und dessen oberer Tiegelausschnitt ca. 3 cm weit ist, eine bedeutende Menge Substanz in kurzer Zeit verarbeitet werden. Ein fernerer Vortheil ist die leichte Ausführbarkeit fractionirter Sublimationen.

Ein anderer, zu gleichem Zwecke von mir benutzter Apparat wird aus einem gewöhnlichen flachen Porzellanteller hergestellt, in welchen man zur Aufnahme des Tiegels in der Mitte eine kreisförmige Oeffnung von 2 bis 4 cm Durchmesser bohrt und den man ebenfalls mit einer flachen, am Rande abgeschliffenen Glasschaale bedeckt. Um den Teller, welcher die Sublimationsfläche darstellt, kühl zu erhalten, setzt man ihn auf zwei in gleicher Weise in der Mitte durchbohrte Scheiben von Asbestpappe, von welcher eine kreisrund ist und in die untere Vertiefung des Tellers hineinpasst, während die andere, darunter befindliche Platte, die unmittelbar auf den Dreifuss zu liegen kommt, grösser als die vorige und quadratisch ist. Die Asbestscheiben werden

vor Beginn des Versuches in kaltes Wasser getaucht, die voll gesogenen auf den Dreifuss gelegt und der Teller darauf gestellt. Man kann erforderlichen Falls während der Sublimation kaltes Wasser auf die eine Ecke der quadratischen Asbestplatte tropfen lassen und sie so feucht erhalten. Eine ganz vollständige Kühlung des Sublimationsbodens ist hier nicht zu erzielen, nichtsdestoweniger bleibt derselbe kühl genug, um, zumal für schwerer schmelzende Körper, diesen einfachen Apparat mit Vortheil anwenden zu können.

Alle oben genannten Vorrichtungen sind von der hiesigen Firma C. Desaga zu beziehen.

Heidelberg, im Januar 1889.

50. Aug. Bischler: Ueber *o*-Nitrophenylhydrazin.

[Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 31. Januar.)

Ausser der Mittheilung von A. Michael¹⁾ konnte ich in der Literatur nichts über Nitrophenylhydrazin finden; derselbe stellte es aber auf grossem Umwege dar.

Wie schon verschiedene Nitrohydrazinsulfonsäuren aus den Nitroamidobenzolsulfonsäuren dargestellt worden sind, so war auch hier die Möglichkeit vorhanden, die Nitrophenylhydrazine aus den entsprechenden Nitranilinen darzustellen.

Besonderes Interesse beansprucht das *o*-Nitrophenyl- resp. *o*-Amidophenylhydrazin, welches letzteres sich wahrscheinlich zu verschiedenen Condensationen geeignet erweisen wird.

Wie aus meinen Versuchen hervorgeht, lässt sich das *o*-Nitrophenylhydrazin leicht aus *o*-Nitranilin durch Diazotiren und nachheriges Behandeln mit Zinnchlorür und Salzsäure darstellen. Es bildet gelbe seidenglänzende Nadeln und giebt gut krystallisirende Salze. Die salzsaure und schwefelsaure Verbindung enthält kein Krystallwasser. Ferner wurden die monoacetylrte und die diacetylrte Verbindung, deren Reductionsproducte und die Benzyliden-Verbindung analysirt.

Bei der Reduction mit Zinnchlorür und Salzsäure liefert das *o*-Nitrophenylhydrazin, nach Entfernung des Zinns, das salzsaure Salz

¹⁾ Diese Berichte XIX, 1386.