

teristische rothviolette Färbung. Seinem allgemeinen Charakter nach, steht er den einfachsten Glykosen nahe; in Anbetracht dessen, sowie auch wegen seiner Constitution schlagen wir für ihn den Namen Methylcyclohexanose oder Methylcyclohexanolon, was weniger wohlklingend wäre, vor.

Bei längerem Aufbewahren condensirt sich die Methylcyclohexanose, wie es scheint, ohne Wasserabgabe, nach dem Schema der Wurtz'schen Aldolcondensation.

Unsere cyclische Ketodiose hat eine noch einfachere Constitution, als die neuerdings von Harries¹⁾ beschriebene cyclische Ketotriose.

450. C. Liebermann und C. N. Riiber: Ueber Allophenylbutadiën.

(Eingegangen am 16. Juli 1902.)

In No. 12 dieser Berichte S. 2137 beschreibt O. Doebner ein Phenylbutadiën, welches er aus Cinnamylidenessigsäure (Schmp. 165⁰) mit entwässertem Baryhydroxyd erhalten hat. Dasselbe bildet farblose Blättchen vom Schmp. 25⁰, welche bei 120—122⁰ bei 10 mm Druck²⁾ sieden. Vor zwei Jahren haben wir durch trockne Destillation der stereoisomeren Allocinnamylidenessigsäure (Schmp. 138⁰) ein Phenylbutadiën erhalten, dessen bei 142⁰ schmelzendes Tetrabromid wir diese Berichte 33, 2401 [1900] beschrieben haben. Da die Ausbeute an unserem Phenylbutadiën auf diesem Wege, zumal wegen seiner grossen Neigung zur Polymerisation, sehr viel zu wünschen übrig lässt, stellt man dasselbe zweckmässig direct aus der gelben Cinnamylidenmalonsäure durch Ueberhitzen mit Chinolin dar, wobei, wie der Eine von uns schon früher³⁾ gezeigt hat, in erster Phase hauptsächlich Allocinnamylidenessigsäure entsteht.

Zu diesem Zweck werden 100 g gelbe Cinnamylidenmalonsäure mit 60 g Chinolin bei 180⁰ verschmolzen, und die Schmelze mit Aether aufgenommen. Dieser wird dann nach einander mit verdünnter Salzsäure zur Entfernung des Chinolins und mit Pottasche zur Fortnahme der unzersetzten Cinnamylidenessigsäuren ausgeschüttelt, entwässert und zur Gewinnung des Kohlenwasserstoffes weggekocht. Der zurückbleibende Kohlenwasserstoff, ungefähr 25 pCt. der theoretischen Menge, wird darauf mehrfach im Vacuum fractionirt. Derselbe siedet bei

¹⁾ Diese Berichte 35, 1176 [1902].

²⁾ Einige Zeilen vorher ist in derselben Abhandlung der Siedepunkt zu 120—122⁰ aber bei 50 mm Druck angegeben. Auf Anfrage theilt uns Hr. Doebner mit, dass die letztere Angabe auf einem Druckfehler beruhe.

³⁾ Diese Berichte 28, 1441 [1895].

20 mm Quecksilberdruck bei 95°, erstarrt in der Kälte und schmilzt bei 4.5°.

0.1909 g Sbst.: 0.6449 g CO₂, 0.1343 g H₂O.

C₁₀H₁₀. Ber. C 92.23, H 7.77.

Gef. » 92.13, » 7.89.

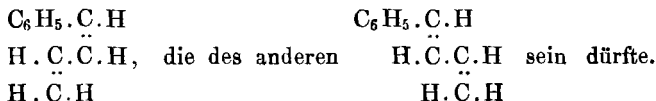
0.3537 g Substanz in 4.830 g Aether 1.202° Siedepunkterhöhung.

Ber. M 130. Gef. M 129.

Spec. Gew. $d_{40}^{20} = 0.9286$ (auf Luftleere reduc.).

Der Geruch erinnert an den des Styrols. In Wasser ist die Verbindung unlöslich, löslich in den organischen Lösungsmitteln. Sie verharzt allmählich an der Luft, reducirt Kaliumpermanganat und addirt Brom, ein Molekül leicht, das andere langsamer. Durch ein glühendes Rohr geleitet, giebt Phenylbutadiën reichlich Naphthalin (Schmp. 79°, des Pikrats 149°).

Die physikalischen Eigenschaften unseres Kohlenwasserstoffes zeigen, dass das Phenylbutadiën aus Allocinnamylidenessigsäure mit dem Doebner'schen aus Cinnamylidenessigsäure nicht identisch, sondern isomer ist. Die Stereoisomerie der beiden Ausgangssäuren bleibt also in den Kohlenwasserstoffen erhalten; sie ist also die wahrscheinliche Folge der zwei vorhandenen Doppelbindungen, indem die Formel des einen Kohlenwasserstoffes



Eine andere Deutung des Isomerieverhältnisses¹⁾ dieser beiden Kohlenwasserstoffe müsste allerdings Platz greifen, wenn sich die uns eben brieflich zugehende Mittheilung des Hrn. Doebner bestätigt, dass sein Phenylbutadiën kein Brom addirt.

Bisdiphenylbutadiën, C₂₀H₂₀. Unser Phenylbutadiën polymerisirt sich sehr leicht, z. B. bei dreistündigem Erhitzen auf 250°, zu einem dickflüssigen, farb- und geruch-losen, nicht fluorescirenden Oel, welches unter 17 mm Druck bei 221° siedet.

0.1868 g Sbst.: 0.6321 g CO₂, 0.1304 g H₂O.

C₂₀H₂₀. Ber. C 92.23, H 7.77.

Gef. » 92.29, » 7.76.

0.4148 g Substanz in 4.860 g Aether 0.682° Siedepunkterhöhung.

Ber. Mol. 260. Gef. Mol. 264.

Spec. Gew. $d_{40}^{20} = 1.0325$. Brechungsindex für Natriumlicht bei 20° = 1.6016, Mol.-Refraction 86.40.

¹⁾ Vgl. auch die in demselben Hefte dieser »Berichte« auf S. 2649—2652 abgedruckte Mittheilung von A. Klages.

Das Bisphenylbutadiën entfärbt Brom in Schwefelkohlenstofflösung, und wird von Kaliumpermanganat angegriffen, enthält also zum mindesten noch eine doppelte Bindung.

Ob auch diese Verbindung noch mit Doebner's entsprechendem »Diphenylcyklooktadiën« isomer oder identisch ist, lässt sich trotz anscheinend nicht unerheblicher Differenzen im Siedepunkt und im spec. Gewicht heute noch nicht wohl entscheiden, da bei der noch mangelhaften Kenntniss beider Substanzen kleine Fehler in diesen Bestimmungen beiderseits nicht ausgeschlossen sind.

451. O. Stephani und Th. Böcker: Ein neuer Extractionsapparat.

[Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium der Universität Göttingen.]

(Eingegangen am 27. Juni 1902.)

Bei unseren Arbeiten im hiesigen Laboratorium kamen wir öfter in die Lage, in Wasser sehr lösliche Verbindungen durch Ausschütteln mit Chloroform aus starken Laugen oder hoch concentrirten Salzlösungen herausarbeiten zu müssen. Häufig entstanden dabei alle möglichen Schwierigkeiten, wie schwer trennbare Emulsionen, oder es krystallisirten Salze aus und anderes mehr; kurz es traten so viel Unannehmlichkeiten ein, dass in uns der Wunsch wach wurde, einen Extractionsapparat zu besitzen, der nicht allein ein reinlicheres, sondern auch schnelleres und ausgiebigeres Arbeiten erlaubt.

Wir liessen dann nach unseren Angaben beistehend abgebildeten Apparat herstellen und folgen gern der uns gegebenen Anregung, denselben weiteren Kreisen zugänglich zu machen, nachdem wir ihn im Laboratorium ausgiebig erprobt haben.

Derselbe ist, wie aus der Figur leicht ersichtlich, an einem Stativ angeordnet und kann ferner, je nach Wahl des Gefässes A, für alle Substanz-Mengen eingerichtet werden, ohne dass die Wirkung dadurch beeinträchtigt würde.

Im Princip ist das Ganze ein Scheidetrichter, an und in den die einzelnen Theile angeordnet sind.

Der Apparat kann zweierlei Verwendung finden:

1. bei der Extraction von Flüssigkeiten mit specifisch-schwereren Extractionsmitteln;
2. bei der Extraction von festen Körpern mit jedem beliebigen Extractionsmittel.