

niumsalzen (Safranin B, Irisviolett, Indulincharlach) keine Reduktion zu entsprechenden Leukoverbindungen beobachtet werden.

Was die Ursache dieser Reduktionswirkungen betrifft, so dürfte dieselbe vielleicht — wenigstens bei Verwendung von Säurechloriden und Chinolin bei höherer Temperatur — im Auftreten von Aldehyden zu suchen sein. Beim Erhitzen von Chinolin mit Benzoylchlorid entsteht nach Japp und Graham¹⁾ ein Dichinolyl, und es ist wohl anzunehmen, daß die dabei freiwerdenden Wasserstoffe einen entsprechenden Teil des Benzoylchlorids zu Benzaldehyd und Chlorwasserstoff reduzieren.

60. Wilhelm Steinkopf: Apparat zum Krystallisieren und Filtrieren in indifferenten Gasen.

[Aus dem chemischen Institut der technischen Hochschule Karlsruhe.]

(Eingegangen am 24. Januar 1907.)

In der Abhandlung von Scholl, Steinkopf und Kabacznik über die Reduktionsprodukte des Indanthrens (S. 390 ff. dieses Heftes) ist das im höchsten Maße luftempfindliche, bei der Reduktion von Indanthren mit alkalischem Hydrosulfit entstehende Natriumsalz des *N*-Dihydroanthrahydrochinonanthrachinonazins beschrieben worden. Zu dessen Darstellung benötigten wir einen Apparat, der es uns ermöglichte, in ununterbrochener Reihenfolge im Wasserstoffstrom die Reduktion vorzunehmen, heiß von unverändertem Indanthren abzufiltrieren, das Salz auskrystallisieren zu lassen, eventuell auszuwaschen und zu trocknen. Ich habe dazu einen diesen vielseitigen Anforderungen entsprechend natürlich etwas komplizierten, aber zum Arbeiten trotzdem bequemen und sicheren Apparat hergestellt, der sich, in dieser oder jener Richtung etwas abgeändert, in vielen Fällen zum Arbeiten in indifferenten Gasen eignen wird²⁾. Es wird am besten sein, den Gebrauch desselben an dem damit ausgeführten Beispiele zu erläutern.

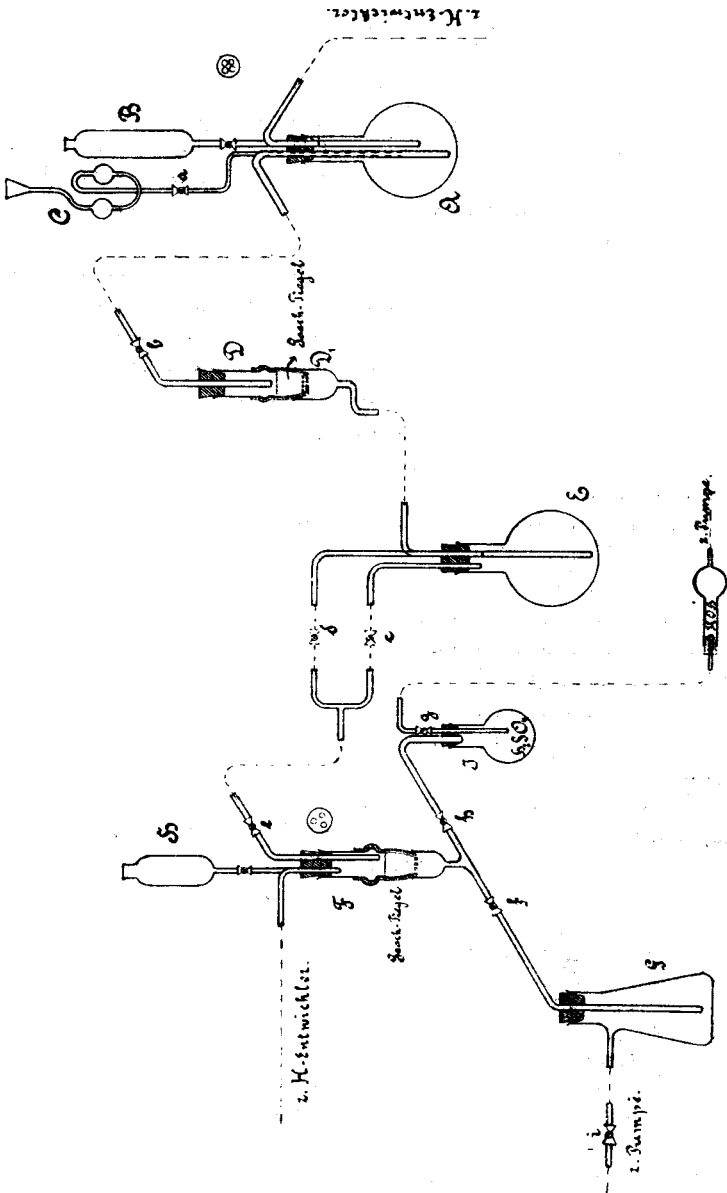
¹⁾ Journ. Chem. Soc. **39**, 174 [1881].

²⁾ In der Literatur habe ich nur einen von Beckmann (Ann. d. Chem. **266**, 4 [1892]) hergestellten Apparat gefunden, der eine gewisse Ähnlichkeit mit dem meinen hat, jedoch nur zum Filtrieren bei Abwesenheit von Luft dient. Sodann ist ein Filtrier- und Fällungsapparat von Faßbender und Engels (Chem.-Zeitung **1894**, 1616) beschrieben, der leicht oxydable Niederschläge, wie Schwefelkupfer, Schwefelzink etc., vor Oxydation schützen soll. Ein von Paul (Treadwell, Lehrb. der analyt. Chem. II, **1902**, 26) konstruierter Trockenschrank hat den Zweck, Tiegel und dergl.

In den Kolben *A* (S:402) wurde das zu kühende Indanthren gebracht, darauf der ganze Apparat von den beiden an den Enden des Systems angeschlossenen Wasserstoffentwicklern an mit Ausnahme des durch Hahn *h* ausgeschalteten Kolbens *J* evakuiert, dann von beiden Seiten mit Wasserstoff gefüllt und derselbe Vorgang einmal wiederholt. Nachdem so die Luft vollständig durch Wasserstoff ersetzt war, wurde bei *b* abgeschlossen, und während der ganze linke Teil des Apparates unter Wasserstoffdruck vom linken Entwickler aus blieb, durch den rechten Teil vom rechten Entwickler aus nach Öffnen bei *a* ein konstanter Gasstrom geleitet. Die Kugeln bei *C* waren zum Abschluß gegen die äußere Luft mit Wasser gefüllt. Nachdem aus *B* die alkalische Natriumhydrosulfidlösung eingetropfelt war, wurde unter Schütteln im Wasserbade geküpt. Die erhaltene Küpelnlösung wurde von etwa ungelöstem Indanthren durch einen Gooch-Tiegel, der mittels eines Schlauchstückes mit *D* und *D*₁ verbunden war, und in dem sich eine angefeuchtete, dünne Schicht Asbest und darauf eine durchlöcherter Porzellanplatte befand, in den Kolben *E* filtriert. Zu diesem Zwecke wurde nach Verschuß von *a* die Saugpumpe bei *i* in Tätigkeit gesetzt und nun *b* geöffnet, während Quetschhahn *d* zur Verhinderung sofortigen Weiterdrückens der Flüssigkeit aus dem Kolben *E* geschlossen war. Man schließt nun *e* und läßt die Flüssigkeit in *E* erkalten, worauf das Natriumsalz des *N*-Dihydroanthrahydrochinonanthrachinonazins langsam auskristallisiert. Um dieses von der Mutterlauge zu trennen, drückt man den Kolbeninhalt von *E*, nach Verschuß von *e*, durch den mit einem gewöhnlichen Filter belegten Gooch-Tiegel *F*, indem man den Quetschhahn *d* öffnet, bei *i* die Pumpe in Tätigkeit setzt und bei *e* öffnet. Nach Verschuß von *e* kann dann der Niederschlag von *H* aus mit irgend einer Waschflüssigkeit ausgewaschen werden, was im vorliegenden Falle zur Vermeidung hydrolytischer Spaltung unterblieb, auch, wenn erforderlich, getrocknet werden, indem man *f* verschließt und den mit konzentrierter Schwefelsäure beschickten Kolben *J* nach Öffnung von *g* evakuiert. Nach Schließung dieses Hahnes wird dann durch *h* die Verbindung zwischen dem Niederschlage und dem Trockenapparat *J* hergestellt, aus dem linken Wasserstoffentwickler das Ganze mit Wasserstoff gefüllt, wieder

im CO₂-Strome zu erhitzen. Treadwell (Treadwell, Lehrb. der analyt. Chem. II, 1902, 27) gibt einen Apparat an, der dazu dient, Flüssigkeiten in einer Kohlensäure-Atmosphäre zu verdampfen und den Rückstand bei bestimmter Temperatur zu trocknen. Schließlich findet sich ein Apparat zum Filtrieren unter Luftabschluß von Dinglinger (Chem. Zentralbl. 1905, II, 1138), der dem Apparat von Beckmann etwas ähnlich ist.

evakuiert und so im wasserstoffverdünnten, mit konzentrierter Schwefelsäure beschickten Raume der Niederschlag zum Trocknen sich selbst überlassen.



Der Apparat läßt sich auch für Gase mit höherem spez. Gewicht als Luft, z. B. für Kohlensäure verwenden; man muß nur *G* sowie das in *G* und *J* reichende Rohr weiter herausziehen, damit die Luft nach oben verdrängt werden kann¹⁾.

**61. K. Fromherz und W. Meigen:
Zur Kenntnis der Oxime des Methyl-furois.**

(Eingegangen am 23. Januar 1907.)

Odernheimer²⁾ stellte zuerst Furoloxime dar, von denen das bei 89° schmelzende von Werner³⁾ als reines *syn*-Oxim erwiesen wurde. Das andere, bei 49° unscharf schmelzende Oxim wurde von Goldschmidt und Zanoli⁴⁾ als Gemisch der *syn*- und *anti*-Verbindung erkannt. Von diesen Forschern wurde auch zuerst das reine *anti*-Oxim des Furois vom Schmp. 74° dargestellt.

Zum Zweck einer Untersuchung über die quantitative Bestimmung des Methylfurois⁵⁾ hatten wir uns eine größere Menge dieses Aldehyds dargestellt und benutzten diese Gelegenheit zu dem Versuch, die entsprechenden Abkömmlinge desselben darzustellen.

Gemisch der beiden Oxime.

Genau nach der Vorschrift von Goldschmidt und Zanoli für das Furfuraldioxim⁶⁾ wurde das Methylfurois bei Gegenwart von überschüssigem Alkali in sein Oxim übergeführt.

Die verschiedenen, aus Ligroin erhaltenen Krystallfraktionen schmolzen alle bei 51—52° und bestanden größtenteils aus langen, dicken, vierseitigen Prismen.

Nach seiner Darstellungsweise sehen wir dieses Präparat in Übereinstimmung mit der entsprechenden Furoloverbindung als ein Gemisch der *syn*- und *anti*-Form des Oxims an.

¹⁾ Der Apparat wird von der Filialfirma Dr. Bender und Dr. Hobein-Karlsruhe hergestellt.

²⁾ Odernheimer, diese Berichte **16**, 2988 [1883].

³⁾ Werner, ebenda, **23**, 2336 [1890].

⁴⁾ Goldschmidt und Zanoli, ebenda, **25**, 2573 [1893].

⁵⁾ Fromherz, Über die Furois und Methylfurois liefernden Substanzen der Lignocellulose, nebst Beiträgen zur Kenntnis des Methylfurois. Dissertation, Freiburg 1906. — Zur quantitativen Bestimmung des Methylfurois. Hoppe-Seylers Zeitschr. für physiolog. Chem. **50**, 241 [1906].

⁶⁾ Diese Berichte **25**, 2582 [1893].