

Zusammenfassung der gewonnenen Resultate. Bei der Oxydation des Roh-Santalols mit  $\text{KMnO}_4$  entsteht als Hauptprodukt die Eksantalsäure,  $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{O}_2$ , welcher weitergehende Oxydationsprodukte beigemengt sind. Ebenso entsteht bei der Oxydation des Santalols mit Ozon als Hauptprodukt der Aldehyd Eksantalal,  $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{O}$ . Aus diesem Grunde muß die Reihe  $\text{C}_{12}$  als Eksantal-Reihe und die nächst niedere, um 1 Kohlenstoffatom ärmere Reihe  $\text{C}_{11}$  als Noreksantal-Reihe bezeichnet werden. Beiden Reihen liegt ein tricyclisch gesättigter Kern zugrunde.

Breslau, Technische Hochschule, Ende Mai 1910.

### 266. Arnold Hahn: Fraktioniervorrichtung.

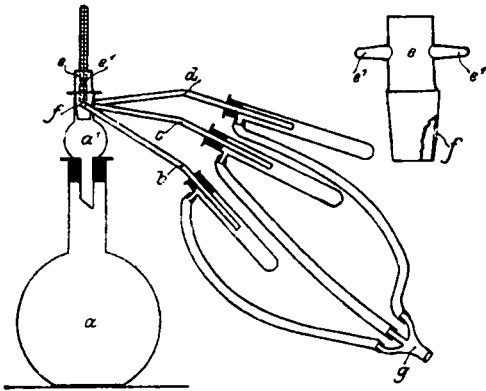
[Mitt. aus dem Organ.-chem. Laboratorium der Technischen Hochschule Danzig.]

(Eingegangen am 18. Mai 1910.)

Die bisher konstruierten Vorlagen zur fraktionierten Destillation weisen den gleichen Fehler auf: Alle Fraktionen werden durch ein und dasselbe Destillierrohr geleitet und erst hierauf durch entsprechende Einstellung der Vorlage gesondert. Hat also die erste Fraktion das Destillierrohr passiert, so wird die zweite, welche denselben Weg nehmen muß, durch die im Rohr haftenden Reste der vorigen verunreinigt; es tritt zwischen zwei Fraktionen immer ein Zwischenstadium ein, bei dem sich in dem gemeinsamen Destillierrohr ein Gemenge bildet, das — mag man es nun zur vorangegangenen oder zu der nachfolgenden Fraktion fließen lassen — immer Ungenauigkeit und Verunreinigung oder Verluste im Gefolge hat. Außerdem sind die meisten der jetzt im Gebrauch befindlichen Vorlagen für die Vakuumdestillation so gebaut, daß die Behälter, in denen die einzelnen Fraktionen aufgefangen werden, alle einen gemeinsamen Luft- (Dampf-) Raum haben; es können sich also aus der einen Fraktion verdunstete Anteile leicht in der anderen niederschlagen, abgesehen davon, daß das Kondensat im Destillierrohr, bevor es noch in das dafür bestimmte Gefäß der Vorlage tropft, teilweise verdunsten und sich dann gleichfalls in allen Gefäßen kondensieren kann.

Die Vorrichtung, die hier beschrieben werden soll, vermeidet diese Fehler und unterscheidet sich von den bisher bekannten prinzipiell dadurch, daß nicht wie bei diesen das kondensierte Destillat getrennt aufgefangen wird, sondern daß die Scheidung bereits erfolgt, wenn die zu sondernden Flüssigkeiten noch dampfförmig sind.

Die nächstliegende Ausführung dieses Prinzipes läge darin, daß man Destillierkolben gebrauchte, die statt eines einzigen Destillierrohres deren mehrere und zwar nach einander verschließbare be-



säßen. Mein Apparat stellt nun gleichsam den Hals eines solchen Kolbens vor. Das kugelförmig erweiterte Stück  $a^1$ , welches die 3 Destillierrohre  $b, c, d$  trägt, kann mit Hilfe eines Stopfens in jeden Kolben eingeführt werden und verwandelt ihn sofort in einen der oben angegebenen Art. Den gewünschten sukzessiven

Abschluß der Rohre  $b, c, d$  (es können eventuell auch mehr sein) erreichte ich durch den hohlen, mit einer seitlichen Öffnung  $f$  versehenen drehbaren Einsatz  $e$ . Die aufsteigenden Dämpfe können durch ihn hindurchpassieren und werden in dasjenige Destillierrohr eintreten, vor dem sich die Öffnung  $f$  befindet. Der Einsatz  $e$  ist nach oben hin offen, um das Einführen des Thermometers zu ermöglichen.  $e^1, e^1$  sind angeschmolzene Glasstücke, die als Handhaben bei der Drehung dienen.

Die drei an den Destillierrohren befindlichen Vorlagen (Saugröhrchen, Destillierkolben usw.) werden mittels dreier kurzer Schläuche mit dem Gabelrohr  $g$  verbunden; von diesem führt ein gemeinsamer Schlauch zum Vakuum. Ist eine Fraktion übergegangen, so wird die mit ihr gefüllte Vorlage sofort außer Verbindung mit der Destillation gesetzt, indem man sie 1. durch Drehen des Einsatzes  $f$  von dem Kolben mit den destillierenden Flüssigkeiten, 2. durch Zuziehen einer zwischen Vorlage und  $g$  am Schlauche angebrachten Klemmschraube vom Vakuum abschließt.

Es ist infolgedessen nicht nötig, alle Vorlagen gleichzeitig zu kühlen, es genügt vielmehr, bloß die gerade in Gebrauch befindliche in Eis oder fließendes Wasser zu stellen.

Die Vorrichtung ermöglicht also ein absolut reines Arbeiten und wird aus diesem Grunde auch bei Destillationen unter gewöhnlichem Drucke Anwendung finden, selbst dann, wenn es sich nicht um Fraktionierung eines Gemisches, sondern nur darum handelt, kleine Mengen einer an und für sich einheitlichen Substanz bei der De-

stillation unter möglichst geringen Verlusten von Vor- und Nachlauf zu trennen.

Der gesetzlich geschützte Apparat wird von der Firma Paul Altmann, Berlin angefertigt.

**267. Hermann Emde und Ernst Runne:  
Über die Bildung eines Phenylglykols aus der Ammoniumbase  
des 1-Phenyl-1-aminopropanols-(2).**

(II. Mitteilung über Arylamino-alkohole.)

{Aus dem Chem.-pharm. Institut der Technischen Hochschule zu Braunschweig.}

(Eingegangen am 26. Mai 1910.)

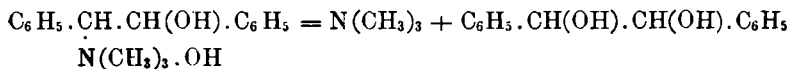
Bei der Untersuchung des 1-Phenyl-1-aminopropanols-(2),  $C_6H_5 \cdot CH(NH_2) \cdot CH(OH) \cdot CH_3$ , auf die Festigkeit der Kohlenstoff-Stickstoff-Bindung<sup>1)</sup> hat sich ergeben, daß sich die entsprechende quartäre Base beim Kochen ihrer wäßrigen Lösung nach der Gleichung spaltet:

$$C_6H_5 \cdot CH \cdot CH(OH) \cdot CH_3 = N(CH_3)_3 + C_6H_5 \cdot CH(OH) \cdot CH(OH) \cdot CH_3,$$

$$N(CH_3)_3 \cdot OH$$

sodaß 1.2-Phenyl-methyl-glykol<sub>1</sub> entsteht. Wir haben dabei nur die höher schmelzende  $\beta$ -Form des Glykols erhalten, die ebenso wie die niedriger schmelzende  $\alpha$ -Form von Zincke<sup>2)</sup> aufgefunden und neuerdings<sup>3)</sup> eingehender beschrieben worden ist.

Während wir über die weitere Untersuchung des 1-Phenyl-1-aminopropanols-(2) im Zusammenhange mit der des 1-Phenyl-1-aminobutanols-(3) demnächst im »Archiv der Pharmazie« berichten werden, teilen wir die obige Spaltung bereits jetzt mit, weil sie die eigenartige Bildung eines Äthylenoxydes aus der Ammoniumbase des Diphenyl-oxäthylamins,  $C_6H_5 \cdot CH(NH_2) \cdot CH(OH) \cdot C_6H_5$ , beleuchtet, die kürzlich P. Rabe und J. Hallensleben<sup>4)</sup> beobachtet haben. Bei dem Kochen der quartären Diphenyl-oxäthyl-ammoniumbase in wäßriger Lösung dürfte sich nämlich, analog der oben formulierten Spaltung, zunächst ein Glykol, das Hydrobenzoin, bilden:



<sup>1)</sup> Arch. d. Pharm. **247**, 130 [1909]; vergl. dort auch 314.

<sup>2)</sup> Diese Berichte **17**, 708 [1884].

<sup>3)</sup> Th. Zincke und K. Zahn, diese Berichte **43**, 849 [1910].

<sup>4)</sup> Diese Berichte **43**, 884 [1910].