

0.0834 g Sbst.: 10.5 ccm $\frac{n}{10}$ -AgNO₃.
Ber. für C₉H₇Cl₃Br₃: 11.0 ccm.

0.1140 g Sbst.: 14.85 ccm $\frac{n}{10}$ -AgNO₃.
Ber. für C₉H₇Cl₃Br₃: 14.9 ccm.

Bromierungsprodukte des Methyl-Carbinols. Das Tetrabrom-Derivat (XXIX) stellten wir nach der Vorschrift von Zincke und Schwabe dar und beobachteten die von diesen Forschern angegebenen Erscheinungen; nur fanden wir den Schmelzpunkt der Substanz bei 140—141° statt bei 133°.

Über Darstellung und Eigenschaften des bei 106—107° schmelzenden dreifach gebromten Körpers haben wir der Beschreibung unserer Vorgänger nichts hinzuzufügen.

Dagegen fanden wir es zweckmäßiger, für die Gewinnung der Dibromverbindung XXVIIb nicht vom Carbinol, sondern vom Tetrabrom-Derivat auszugehen, das bereits Zincke und Schwabe in gleicher Weise abgebaut haben. Man erhitzt den vierfach gebromten Körper im Schwefelsäure-Bad zum Schmelzen, wartet, bis die stürmische Abspaltung von Bromwasserstoff, mit der die Umlagerung in die aromatische Substanz verbunden ist, vorüber ist, verreibt den Rückstand mit Petroläther und krystallisiert das Produkt schließlich aus Methylalkohol um. Wir erhielten die Verbindung in glänzenden, flachen Nadelchen, die den angegebenen Schmp. 90—91° besaßen. Über die sonstigen Eigenschaften des Körpers ist bereits im allgemeinen Teil das Nötige gesagt worden.

Marburg, Chemisches Institut.

246. A. Schoeller: Mikro-Veraschung.

(Eingegangen am 9. Mai 1922.)

Die übliche Methode zur Prüfung organischer Substanzen auf Aschenbestandteile durch Erhitzen auf einem Platinblech über freier Flamme bietet manche Nachteile und ist nicht immer zuverlässig. Da erfahrungsgemäß auch mehrfach gereinigte Analysesubstanzen öfter als allgemein angenommen noch Aschenbestandteile enthalten, möchte ich auf folgende einfache Methode hinweisen, die in kurzer Zeit auch in kleinsten Mengen die geringsten Aschenbestandteile — mit Ausnahme sehr leicht flüchtiger Metalle — deutlich erkennen läßt.

Die zu untersuchende Substanz wird in flacher Schicht auf einen etwa 5—6 mm breiten Glasstreifen ausgebreitet — durch Zerschneiden gewöhnlicher Objektträger der Länge nach erhalten —, er wird in ein waagrecht

in einer Stativklammer eingespanntes Jenaer Glasrohr von etwa 10 mm Durchmesser und 12 cm Länge geschoben. Durch Erhitzen mit einer kleinen, ca. 2 cm hohen, noch etwas leuchtenden Bunsen-Flamme wird die Substanz verkohlt. Ein »Kriechen« leicht schmelzender Körper kann durch entsprechende Neigung des Rohres und kreisende Bewegung des Brenners vermieden werden. Sind die flüchtigen Anteile vertrieben, wird die zurückbleibende Kohle erkalten lassen und ein schwacher Sauerstoffstrom, durch einen mit Wasser gefüllten Blasenähler angefeuchtet, durch das Rohr geleitet¹⁾. Der erkaltete Rückstand wird nun mit etwas größerer, aber noch schwach leuchtender Flamme erwärmt²⁾; in den meisten Fällen wird die Kohle sehr bald ohne sichtbare Verglimmungserscheinungen vollständig verschwunden sein. Bei sehr schwer verbrennlichen Körpern ist es zweckmäßig, die Erwärmung noch einmal zu unterbrechen; zu starkes Erhitzen ist unbedingt zu vermeiden, ein eigentliches Glühen ist niemals erforderlich, daher auch ein Festschmelzen oder Springen des Glasstreifens nicht zu befürchten. Bei sehr stark aschehaltigen Körpern können einzelne vollständig eingeschlossene Kohleteilchen zurückbleiben, wenn die Substanz nicht dünn genug ausgebreitet war.

Unter dem Mikroskop sind auf dem Glas die geringsten Aschespuren deutlich sichtbar, können auch leicht einer orientierenden, qualitativen mikrochemischen Prüfung unterzogen werden.

Sehr geeignet ist die Methode zur Veraschung von Schnitten pflanzlicher Gewebe, die in ihrer ursprünglichen Struktur besser als durch einfaches Verbrennen über freier Flamme erhalten bleiben³⁾.

Steht kein Bomben-Sauerstoff zur Verfügung, so ist zur Erzeugung der geringen benötigten Menge Sauerstoff der kürzlich von mir angegebene Mikro-Kippapparat sehr geeignet⁴⁾.

Tübingen, Mikrochemisches Laboratorium.

¹⁾ Siegfried Hilpert, B. 46, 949 [1913].

²⁾ Ähnlich wie F. Pregl es für die Kohlenstoff-Wasserstoff-Bestimmung angibt, nur mit kleinerer Flamme, daher ist auch die schützende Drahtnetzrolle nicht erforderlich (Quantitative organische Mikroanalyse, Berlin 1917, S. 70).

³⁾ Auf die Wichtigkeit des Aschenbildes wird von H. Molisch besonders aufmerksam gemacht (Mikrochemie der Pflanze, Jena 1921, S. 9).

⁴⁾ Z. Ang. 34, 586 [1921].