

Ein zirka 4 cm langes Jenaer Filterröhrchen mit Glasfritte (G 3) und kurzem Ablauf paßt lose in ein kurzes Reagensglas. Oben trägt das Röhrchen einen Kragen und sitzt mit einem Gumming auf dem Rand des Zentrifugegefäßes auf. Die mit Aktivkohle gekochte Lösung wird auf die Fritte gegossen und zentrifugiert. Die in der Abbildung gezeigte Anordnung hält bis zu 3000 U/Min. aus.

4. Zum *Extrahieren*, welches besonders beim Gewinnen von Naturstoffen verwendet wird, eignet sich — falls man keinen anderen Extraktor für kleine Mengen zur Verfügung hat — die in Abb. 2 gezeigte einfache Anordnung.

Eine Beschreibung der Apparatur erübrigt sich. Die Kühlung erfolgt auch hier mit dem schrägen Kugelkühlrohr, welches durch auf-tropfendes Wasser gekühlt wird. Um an einem Beispiel die Wirksamkeit dieser Anordnung zu zeigen, sei erwähnt, daß aus 5 g Teestaub 0,1 g reines Coffein extrahiert werden konnte; das ist eine Menge, welche in der „Praxis“ von *Gattermann* angegeben entspricht.

5. Die *chromatographische Adsorption* — eine Methode, die oft zur Trennung von Stoffgemischen, welche durch Kristallisation nicht zu trennen sind, verwendet wird — kann mit der in Abb. 3 gezeigten einfachen Anordnung durchgeführt werden. Das *Adsorptionsrohr* (Innendurchmesser 4 mm) ist an einer Stelle kapillar verengt. An Stelle der bei größeren Röhren verwendeten Siebplatte, ist ein Asbestpfropf angebracht. Die Anordnung wird in der Saugprouvette (Abb. 6) befestigt. Der Kühlmantel, welcher mit Eiswasser gefüllt werden kann, verhindert bei Verwendung von tiefsiedenden Lösungsmitteln (Petroläther) ein vorzeitiges Verdampfen derselben.

Mit diesem einfachen Adsorptionsrohr konnte die Trennung der Blattfarbstoffe aus Spinat und die Reinigung von Rohanthracen durchgeführt werden. Dabei wurde nach der Arbeitsvorschrift gearbeitet,

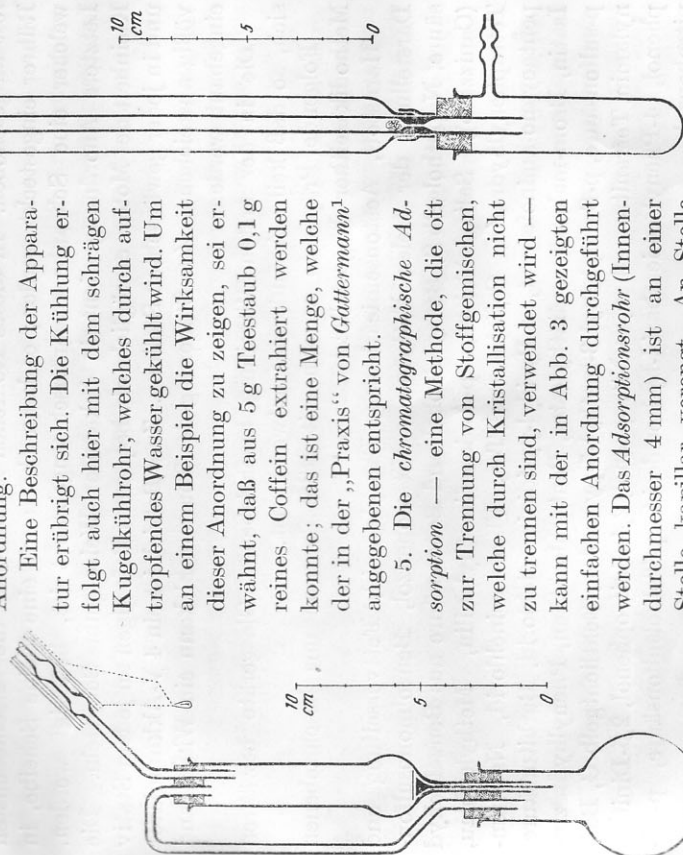


Abb. 2.

Über Methoden zur Darstellung organischer Präparate mit kleinen Substanzmengen.

(Zweite Mitteilung*.)

Von

H. Lieb und W. Schöniger.

Mit 3 Abbildungen.

(Eingelangt am 19. Dezember 1949.)

Weitere Versuche zur Darstellung organischer Präparate mit kleinen Substanzmengen machen eine kurze Ergänzung zu unserer 1. Mitteilung notwendig.

1. Bei *langdauerndem Erhitzen am Rückfluß* zeigte sich, daß das senkrecht aufgesetzte Kugelkühlrohr (Abb. 2)** nicht genügend wirksam ist, so daß zu große Lösungsmittelverluste auftreten. Eine vollkommene Abhilfe schafft folgende Anordnung: Auf das Reaktionsgefäß wird mit einfach durchbohrtem Kork das Kugelkühlrohr (Abb. 3) dermaßen aufgesetzt, daß es schräg nach oben steigt. Man umwickelt mit mehreren Lagen Filterpapier und kühlt durch auftropfendes Wasser wie bei der Wasserdampfdestillation (Abb. 7).

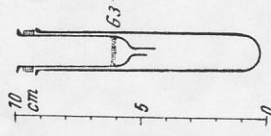


Abb. 7.

2. Bei der *Wasserdampfdestillation* (Abb. 7) ist es zweckmäßig, das Dampfentwicklungskölbchen mit einem doppelt durchbohrten Kork zu verschließen und zusätzlich ein ungefähr 20 cm langes Glasröhrchen, welches bis zum Boden reicht, als Steigrohr einzusetzen. Dadurch erübrigt sich das Öffnen des Kölbchens nach Beendigung der Destillation.

3. Beim *Umkristallisieren* kann für die Reinigung mit Tierkohle das Filtrieren mit dem Geräte nach Abb. 1 wie folgt umgangen werden.

* Erste Mitteilung: Mikrochem. 34, 336 (1949).

** Die eingeklammerten Abbildungsnummern beziehen sich auf die erste Mitteilung.

wie sie in *Gattermann-Wieland*, „Die Praxis des organischen Chemikers“, 31. Aufl., angegeben ist, unter Verwendung von einem *halben Spinatblatt*. Das Adsorptionsrohr war mit 20 mm Aluminiumoxyd, 40 mm Calciumcarbonat und 100 mm Puderzucker gefüllt.

6. Schließlich wollen wir noch auf eine einfache *Rührvorrichtung* aufmerksam machen, die sich sowohl zum Rühren von kleinen Mengen, aber auch für größere Ansätze und zum Schütteln verwenden läßt.

Im Handel sind zur Zeit kleine, mit 24 V Gleichstrom zu betreibende Motoren (30 mm Durchmesser, 50 mm lang) erhältlich, die bei Nennspannung eine Tourenzahl von 8000 U/Min. haben. Ein solcher Motor wurde in einem Messingring gefaßt und auf die Achse ein Messingröhrchen fest aufgeschoben. In dieses Röhrchen können nun die verschiedensten Rührer eingesteckt werden; es kann aber auch eine kleine Scheibe, in welcher eine Schraube exzentrisch angebracht ist, befestigt werden. Letztere Anordnung dient in bekannter Weise zum Schütteln. Die Kleinheit des Motors ermöglicht ein bequemes Befestigen an jedem Stativ und in jeder gewünschten Stellung. Zum Betrieb ist ein 4 V-Akkumulator völlig ausreichend. Zur Steuerung der Tourenzahl kann ein Widerstand eingebaut werden.

Die in der ersten Mitteilung beschriebenen Glasgeräte bewähren sich, so daß keine Abänderung notwendig ist.

Folgende Präparate wurden mit Hilfe der von uns beschriebenen Methodik seither dargestellt:

Harnstoff, Acetonsemicarbazon, Benzylcyanid, Fettverseifung und Darstellung der freien Fettsäuren, Nitrosobenzol, Benzolmonosulfonsäure, Naphtholgelb S, Benzylalkohol und Benzoesäure aus Benzaldehyd (Canizzaro), Salicylaldehyd, p-Amino-dimethylanilin, Methyltenblau, Tetraphenylhydrazin, Coffein aus Tee, Fluoresceinchlorid, Natriumpentacyano-aminferroat, 4-Pyridyl-pyridiniumdichlorid, Barbitursäure, Isatin, Brom-malonsäure-diäthylester, Pentachloräthan, Phenylhydrazin-p-sulfonsäure, p-Sulfo-phenyl-3-methyl-5-pyrazolon, Echtlichtgelb G, Bor-nylamin, Tetranitromethan, m-Nitrophenol, 2,4-dinitrophenol, 2,5-Dinitrophenol, 4-Phenylsemicarbazid-hydrochlorid, p-Toluolsulfonsäure, p-Dinitrobenzol.

Die im folgenden angeführten Präparate wurden im normalen Aus-bildungsgang von Studierenden der Chemie am 1. Chemischen Labora-torium der Universität Wien unter Leitung von Herrn Doz. Dr. *Karl Kratzl* hergestellt:

Guajakolacetat, Acetovanillon, Benzophenonoxim und *Beckmannsche* Umlagerung zu Benzanilid, α -Brom-propionguajakon, Propionguajakon- α -sulfosäure Natrium, Hippursäure, Methylphenylcarbinol, Malonsäure, Ferulasäure, 4,5-Diphenylglyoxalon, Dibenzalacetone, Dibenzylacetone, Phenylhydrazin und Dithizon.

Zusammenfassung.

Für das organisch präparative Arbeiten mit Substanzmengen von 1 bis 2 g wurden einfache, leicht und billig herstellbare Glasgeräte entwickelt und unter genauer Angabe der Maße in dieser und in der ersten Mitteilung beschrieben. Diese Geräte lassen sich bei allen wichtigen Arbeitsmethoden anwenden, die der organische Chemiker braucht, wie z. B. Lösen, Rühren, Kondensieren, Kristallisieren, Trennen von fest und flüssig, Destillieren unter gewöhnlichem und vermindertem Druck, fraktioniertes Destillieren, Destillieren mit Wasserdampf, Extrahieren und Sublimieren. Bei dieser Arbeitstechnik werden prozentuell annähernd die gleichen Ausbeuten erzielt wie unter Verwendung der bisher üblichen mehrfachen Menge an Ausgangsprodukt. Es wird dabei aber ganz wesentlich an Material und Zeit gespart.

Die entwickelte Methodik ist in erster Linie für die Anwendung in organisch-präparativen Praktikum für Studierende der Chemie bestimmt und hat sich in der Praxis bereits bewährt.

Summary.

Simple, light, easily manufactured glass apparatus has been prepared for preparatory organic work with substances of 1—2 grammes; this is described with details of measurements in this paper and in the former one. The glass apparatus can be adapted to all processes in which the organic chemist will need to use it, e. g. dissolving, stirring, condensing, crystallising, separating solids from liquids, distillation under normal or reduced pressure, fractional distillation, distillation with steam, extraction and sublimation. By this technique practically the same percentage of output can be achieved as formerly, when a greater amount of substances were used, and a great saving of time and material is gained.

The method in question is suitable first and foremost for the practical laboratory work of students of chemistry, and has already proved its worth in practice.

Résumé.

Il s'agit ici et dans le premier rapport de verreries simples, légères et peu coûteuses pour le travail organique préparatoire avec substances de 1—2 grammes; les données exactes avec mesures se trouvent dans les deux rapports.

Ces verreries sont propres à tous les travaux préparatoires essentiels au chimiste organique, par exemple pour délier, mêler, condenser, cristalliser pour séparer les corps solides des liquides, pour la distillation sous pression normale ou réduite, pour la distillation fractionnée, la distillation à vapeur d'eau, l'extraction et la sublimation.

L'on obtient par ce procédé technique à peu près le même rendement percentuel que par celui en cours jusqu'ici, exigeant l'emploi d'une quantité plus grande de substances, — et en outre économie sensible de temps et matériel se manifeste.

La méthode dont il s'agit est destinée tout d'abord aux travaux pratiques des étudiants de chimie dans les laboratoires, où elle a déjà fait preuve de son utilité.

Literatur.

¹ *L. Gattermann* und *H. Wieland*, Die Praxis des organischen Chemikers Berlin: Verlag W. de Gruyter (1942). S. 392.

wie sie in *Gattermann-Wieland*, „Die Praxis des organischen Chemikers“, 31. Aufl., angegeben ist, unter Verwendung von einem *halben Spinatblatt*. Das Adsorptionsrohr war mit 20 mm Aluminiumoxyd, 40 mm Calciumcarbonat und 100 mm Puderzucker gefüllt.

6. Schließlich wollen wir noch auf eine einfache *Rührvorrichtung* aufmerksam machen, die sich sowohl zum Rühren von kleinen Mengen, aber auch für größere Ansätze und zum Schütteln verwenden läßt.

Im Handel sind zur Zeit kleine, mit 24 V Gleichstrom zu betreibende Motoren (30 mm Durchmesser, 50 mm lang) erhältlich, die bei Nennspannung eine Tourenzahl von 8000 U/Min. haben. Ein solcher Motor wurde in einem Messingring gefaßt und auf die Achse ein Messingröhren fest aufgeschoben. In dieses Röhren können nun die verschiedensten Rührer eingesteckt werden; es kann aber auch eine kleine Scheibe, in welcher eine Schraube exzentrisch angebracht ist, befestigt werden. Letztere Anordnung dient in bekannter Weise zum Schütteln. Die Kleinheit des Motors ermöglicht ein bequemes Befestigen an jedem Stativ und in jeder gewünschten Stellung. Zum Betrieb ist ein 4 V-Akkumulator völlig ausreichend. Zur Steuerung der Tourenzahl kann ein Widerstand eingebaut werden.

Die in der ersten Mitteilung beschriebenen Glasgeräte bewähren sich, so daß keine Abänderung notwendig ist.

Folgende Präparate wurden mit Hilfe der von uns beschriebenen Methodik seither dargestellt:

Harnstoff, Acetonsenicarbazon, Benzylcyanid, Fettverseifung und Darstellung der freien Fettsäuren, Nitrosobenzol, Benzolmonosulfonsäure, Naphtholgelb S, Benzylalkohol und Benzoesäure aus Benzaldehyd (Canizzaro), Salicylaldehyd, p-Amino-dimethylanilin, Methylenblau, Tetraphenylhydrazin, Coffein aus Tee, Fluoresceinchlorid, Natriumpentacyano-aminoferrat, 4-Pyridyl-pyridiniumdichlorid, Barbitursäure, Isatin, Brom-malonsäure-diäthylester, Pentachloräthan, Phenylhydrazin-p-sulfonsäure, p-Sulfo-phenyl-3-methyl-5-pyrazolon, Echtlichtgelb G, Bor-nylamin, Tetranitromethan, m-Nitrophenol, 2,4-dinitrophenol, 2,5-Dinitrophenol, 4-Phenylsemicarbazid-hydrochlorid, p-Toluolsulfonsäure, p-Dinitrobenzol.

Die im folgenden angeführten Präparate wurden im normalen Ausbildungsgang von Studierenden der Chemie am 1. Chemischen Laboratorium der Universität Wien unter Leitung von Herrn Doz. Dr. *Karl Kratzl* hergestellt:

Guajakolacetat, Acetovanillon, Benzophenonoxim und *Beckmannsche* Umlagerung zu Benzanilid, α -Brom-propioquajakon, Propioquajakon- α -sulfosaures Natrium, Hippursäure, Methylphenylcarbinol, Malonsäure, Ferulasäure, 4,5-Diphenylglyoxalon, Dibenzalacetone, Dibenzylacetone, Phenylhydrazin und Dithizon.

Zusammenfassung.

Für das organisch präparative Arbeiten mit Substanzmengen von 1 bis 2 g wurden einfache, leicht und billig herstellbare Glasgeräte entwickelt und unter genauer Angabe der Maße in dieser und in der ersten Mitteilung beschrieben. Diese Geräte lassen sich bei allen wichtigen Arbeitsmethoden anwenden, die der organische Chemiker braucht, wie z. B. Lösen, Rühren, Kondensieren, Kristallisieren, Trennen von fest und flüssig, Destillieren unter gewöhnlichem und vermindertem Druck, fraktioniertes Destillieren, Destillieren mit Wasserdampf, Extrahieren und Sublimieren. Bei dieser Arbeitstechnik werden prozentuell annähernd die gleichen Ausbeuten erzielt wie unter Verwendung der bisher üblichen mehrfachen Menge an Ausgangsprodukt. Es wird dabei aber ganz wesentlich an Material und Zeit gespart.

Die entwickelte Methodik ist in erster Linie für die Anwendung im organisch-präparativen Praktikum für Studierende der Chemie bestimmt und hat sich in der Praxis bereits bewährt.

Summary.

Simple, light, easily manufactured glass apparatus has been prepared for preparatory organic work with substances of 1—2 grammes; this is described with details of measurements in this paper and in the former one. This glass apparatus can be adapted to all processes in which the organic chemist will need to use it, e. g. dissolving, stirring, condensing, crystallising, separating solids from liquids, distillation under normal or reduced pressure, fractional distillation, distillation with steam, extraction and sublimation.

By this technique practically the same percentage of output can be achieved as formerly, when a greater amount of substances were used, and a great saving of time and material is gained.

The method in question is suitable first and foremost for the practical laboratory work of students of chemistry, and has already proved its worth in practice.

Résumé.

Il s'agit ici et dans le premier rapport de verreries simples, légères et peu coûteuses pour le travail organique préparatoire avec substances de 1—2 grammes; les données exactes avec mesures se trouvent dans les deux rapports.

Ces verreries sont propres à tous les travaux préparatoires essentiels au chimiste organique, par exemple pour délier, mêler, condenser, cristalliser, pour séparer les corps solides des liquides, pour la distillation sous pression normale ou réduite, pour la distillation fractionnée, la distillation à vapeur d'eau, l'extraction et la sublimation.

L'on obtient par ce procédé technique à peu près le même rendement percentuel que par celui en cours jusqu'ici, exigeant l'emploi d'une quantité plus grande de substances, — et en outre économie sensible de temps et de matériel se manifeste.

La méthode dont il s'agit est destinée tout d'abord aux travaux pratiques des étudiants de chimie dans les laboratoires, où elle a déjà fait preuve de son utilité.

Literatur.

1. *L. Gattermann* und *H. Wieland*, Die Praxis des organischen Chemikers. Berlin: Verlag W. de Gruyter (1942). S. 392.