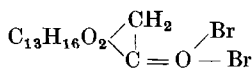
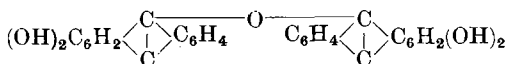


Wedekind<sup>266)</sup> entweder zu einem einfachen Oxoniumdibromid



oder zu dem früher von Wedekind und Koch beschriebenen roten Hydroperbromid. Das Dibromid liefert bei der Behandlung mit Anilin das kernsubstituierte Monobromsantonin, das wahrscheinlich eine neue Doppelbindung enthält. Das aus Dichlorsantonin erhältliche Monochlorsantonin ist verschieden von dem direkt aus Santonin darstellbaren Chlorsantonin. Den Mechanismus der Bildung des Desmotroposantonins klärten L. Francesconi und G. Cusmano auf<sup>267)</sup>.

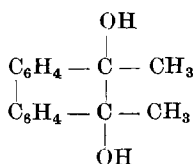
Eine neue Synthese von Anthracen-abkömmlingen bewirkte Hans v. Liebig<sup>268)</sup> durch Zusammenschmelzen von Brenzcatechin und Hydrochinon mit Mandelsäure; die erhaltenen Farbstoffe sind Mesoäther des Dianthranols:



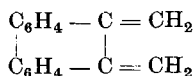
Die Hydrogenisation von Anthracen und Phenanthren in Gegenwart von Nickeloxyd unter hohem Druck führt zu den Tetrahydro-, Dekahydro- und Perhydroabkömmlingen des Anthracens,  $\text{C}_{14}\text{H}_{14}$ ,  $\text{C}_{14}\text{H}_{20}$  und  $\text{C}_{14}\text{H}_{24}$ . Phenanthren liefert die Dihydro-, Tetrahydro-, Octohydro- und Perhydroderivate<sup>269)</sup>.

Ditertiäre Alkohole aus Phenanthrenchinon stellten Th. Zincke und W. Tropsch<sup>270)</sup> mit Hilfe der magnesiumorganischen Verbindungen her.

Ein solcher Alkohol, wie



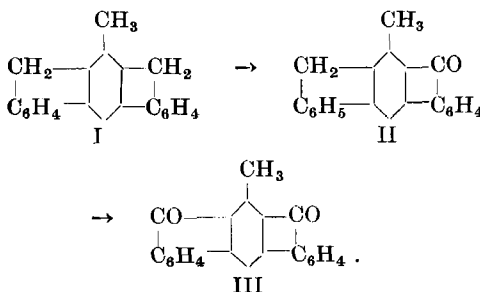
läßt sich aber nicht durch Wasserabspaltung in einen Kohlenwasserstoff



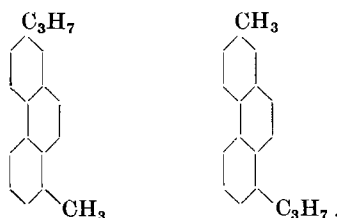
überführen; es bilden sich vielmehr ringförmige Pinakoline. Das Morpholchinon (3,4-Dioxyphenanthrenchinon) entsteht nach Julius Schmidt und J. Söll<sup>271)</sup> aus dem 3-Oxyphenanthrenchinon durch Überführung in das 4-Nitroderivat und Austausch der Nitrogruppe über die Diazoverbindung gegen Hydroxyl.

Die Isophthalacengruppe studierte G. Errera<sup>272)</sup>: das Isophthalacen (I) liefert bei

der Oxydation zunächst Isophthalacenoxyd (II) und dann Isophthalacon (III):



Die relative Stellung der Seitenketten im Reten kann nunmehr nach P. Lux<sup>273)</sup> als sicher betrachtet werden; es bleibt nur noch zu ermitteln, welche der beiden Seitenketten in m- und welche in p-Stellung zur Diphenylbindung sich befindet. Das Reten entspricht einer der beiden folgenden Formeln:



(Schluß folgt.)

## Druckregler für die Vakuum-Destillation.

VON HERMANN J. REIFF-Wetzlar.

(Eingegangen den 1./5. 1909.)

Bei der fraktionierten Destillation unter vermindertem Druck ist es, um die dauernde Aufsicht überflüssig zu machen, wünschenswert, einen Apparat zu verwenden, der die Konstanthaltung des Drucks automatisch besorgt. Eine derartige Vorrichtung ist vor einigen Jahren von Bertrand angegeben worden (Berl. Berichte 1903). Dieser Apparat besteht aus einem ungefähr meterlangen Barometerrohr, dessen unteres Ende durch einen Schlauch mit einem Quecksilbergeäß verbunden ist, welches durch eine geeignete Vorrichtung gehoben und gesenkt werden kann. Das obere Ende des Barometerrohrs gabelt sich in einer Höhe von etwa 80 cm; das eine Rohr der Gabelung führt zum Destilliergeäß, das andere zur Pumpe.

Wird die Pumpe in Tätigkeit gesetzt, so steigt aus dem beweglichen Quecksilbergeäß das Quecksilber in dem Barometer in die Höhe, erreicht bei einem gewissen Druck, der durch die Hebevorrichtung des Gefäßes gewählt werden kann, die Gabelung und sperrt damit die Pumpe vom Destilliergeäß ab. Die Pumpe kann jetzt fortarbeiten, ohne daß sich der Druck im Destillierkolben weiter erniedrigt.

<sup>273)</sup> Wiener Monatshefte 29, 763.

<sup>266)</sup> a. a. O. 41, 359; vgl. auch die Entgegnung von H. Klein, a. a. O. 41, 1094.

<sup>267)</sup> Gaz. chim. ital. 38, II, 101.

<sup>268)</sup> J. prakt. Chem. [2] 78, 95.

<sup>269)</sup> W. Ipatiew, W. Jakowlew und L. Rakitin, Berl. Berichte 41, 996.

<sup>270)</sup> Liebigs Ann. 362, 242 und 363, 302.

<sup>271)</sup> Berl. Berichte 41, 3696.

<sup>272)</sup> Gaz. chim. ital. 38, II, 588.

Steigt jedoch aus irgend einem Grunde der Druck im Destillierapparat, so wird die Gabelung wieder frei, und es kann durch sie erneut Luft von der Pumpe angesaugt werden. Auf diese Weise gelingt es, unter sonst ungeänderten Verhältnissen den Druck im Destillierapparat konstant zu halten, wie dies eben bei der fraktionierten Destillation nötig ist.

Man erkennt nun leicht, daß der Quecksilberstand im Barometer abhängig ist vom äußeren atmosphärischen Druck, und daß die Einstellung des Quecksilbergeäßes, die für einen bestimmten Druck im Destillierapparat vorgenommen war, für veränderten atmosphärischen Druck falsch wird.

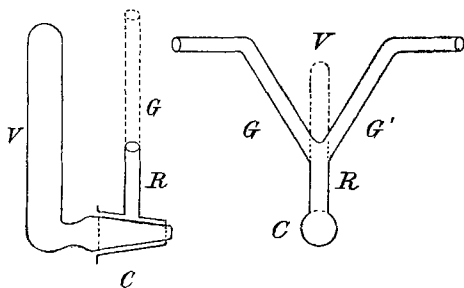


Fig. 1.

Es wird deshalb empfehlenswert sein, den Einfluß des äußeren Drucks der Luft für die Einstellung des Quecksilbers im Gabelrohr zu eliminieren. Es kann dies in einfacher Weise dadurch geschehen, daß man das bewegliche Quecksilbergeäß gegen die Atmosphäre abschließt. Hieraus ergibt sich ein weiterer

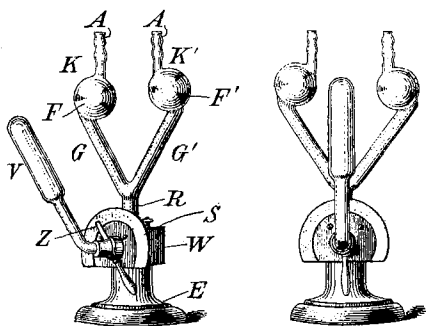


Fig. 2.

Vorteil: Es wird der ganze Apparat viel niedriger, da er nicht mehr die Barometerhöhe des Quecksilbers enthält. Es empfiehlt sich jedoch die Verkürzung des Bertrand'schen Apparats so auszuführen, daß zu gleicher Zeit auch die stets lästige Gummiverbindung wegfällt.

Unter diesem Gesichtspunkt ist folgender Apparat gebaut, mit dem ich bis jetzt befriedigende Erfahrungen gemacht habe (Fig. 1). Das Gabelrohr GRG' mündet am unteren Teile von R in einem Konus C, in welchem ein umgebogenes, geschlossenes Rohr V eingeschliffen ist. Dieses Rohr V kann um die Achse des Konus gedreht werden. Es wird, ebenso wie ein Teil des Rohres R, mit Quecksilber gefüllt. Steht nun das Rohr V senkrecht, und wird

an G die Pumpe und an G' der Destillierapparat angeschlossen, so erkennt man leicht, daß bei Erreichung eines gewissen Drucks das Quecksilber in V sinken und in R steigen wird, bis es die Gabelung G G' absperrt. Der Druck, bei welchem G G' absperrt ist, bei welchem also dieser abgekürzte Druckregler funktioniert, kann dadurch verändert werden, daß man dem Rohr V eine Drehung um die Achse des Konus erteilt: Je mehr sich V über die Gabelung erhebt, um so größer wird der Druck sein, bei welchem G G' absperrt ist und je mehr V durch Drehen der horizontalen Lage genähert wird, um so geringer wird der Druck, bei welchem G G' getrennt wird.

Fig. 2 zeigt die praktische Ausführung des Apparats. Auf einem eisernen Fuß E befindet sich ein Stahlwürfel W, in welchem der Konus C sich bewegt. In den Würfel W ist einerseits das Gabelrohr GRG' eingekittet oder eingeschliffen, wenn Kittung vermieden werden muß, und in den Konus, der im Würfel W Platz findet, ist das Rohr V ebenfalls luftdicht eingesetzt. Ein Zeiger Z, der auf einer Skala S sich bewegt, markiert die Neigung des Rohres V, so daß, wenn einmal eine bestimmte Neigung für einen gewissen Druck ausprobiert ist, durch Einstellung des betreffenden Zeigerstandes stets wieder derselbe Druck erreicht werden kann. Die Gabelrohre G und G' tragen an ihren oberen Enden Kugeln K und K' mit den Schlauchansätzen A und A', durch welche die Verbindung mit Pumpe und Destillationsapparat hergestellt wird. In den Kugeln K befinden sich gerade über der Mündung von G und G' Glasglocken F und F', welche ein Überspritzen von Quecksilber aus G oder G' verhindern.

Die beiden Ansichten des Apparats zeigen ihn das eine Mal für den Höchstdruck mit senkrechter Stellung des Rohres V, das andere Mal für einen geringeren Druck mit geneigtem Ansatzrohr. Der Apparat ist durch Gebrauchsmuster geschützt und durch die Firma Arthur Pfeiffer in Wetzlar zu beziehen.

## Zur Schwefelbestimmung in Kohlen und Koks.

Von Dr. M. HOLLIGER.

(Eing. 14./5. 1909.)

Unter obiger Überschrift bespricht Prof. Dr. M. Dennstedt in Heft 15 des laufenden Jahrgangs dieser Zeitschrift meine gleichbetitelt Arbeit<sup>1)</sup> und erwähnt einleitend, daß der Begriff „flüchtiger“ oder „verbrennlicher“ Schwefel veraltet und nicht mehr haltbar sei, weil die jeweilig gefundene Menge dieses Schwefels von äußeren Umständen abhängt. Genau dasselbe habe ich in meiner Veröffentlichung deutlich zum Ausdruck gebracht<sup>2)</sup>. Dagegen habe ich dort bereits erwähnt, was ich hiermit wiederhole, daß die Ermittlung des Gehalts von Brennstoffen an „flüchtigem“ oder „verbrennlichem“ Schwefel (unter den

<sup>1)</sup> Diese Z. 22, 436 (1909).

<sup>2)</sup> Diese Z. 22, 496 (1909).