

floss fast ausnahmslos die Chamottemasse tropfenweise unten zum Ofen heraus, sodass eine vollständige Durchführung der Versuche bis jetzt noch nicht möglich war.

Die bei der Herstellung von Metallen und Legirungen als Nebenproduct entstandenen Schlacken untersuchten wir auf ihr Verhalten gegen Kathodenstrahlen. Es zeigte sich, dass gewisse Metalle, die mit in die Schlacke übergegangen waren, ein charakteristisches Leuchten bewirkten, sodass z. B. leicht festzustellen war, ob die Schlacke nur aus Korund bestand, oder ob sie noch Metalle enthielt. So erheilt Blei der Schlacke ein blaues, Eisen und Magnan ein grünes, Chrom ein rothes, Uran ein gelb- bis braun-grünes, Wolfram ein violettes Leuchten. Erhöht wird die Leuchtkraft der Schlacke und zugleich treten die für die Metalle charakteristischen Farben deutlicher hervor, wenn die Schlacke Flussspath enthält.

138. Hans Stobbe: Notiz über die Darstellung des Desoxybenzoins.

[Mittheilung aus dem I. chem. Laboratorium der Universität Leipzig.]

(Eingegangen am 19. Februar 1902.)

Das Desoxybenzoïn wird wohl grösstentheils nach dem zuerst von Zinin¹⁾ beschriebenen Verfahren, d. h. durch Reduction des Benzoïns mit Zink und alkoholischer Salzsäure dargestellt.

Dieses erste Verfahren und besonders die Aufarbeitung des Reactionsproductes sind bald darauf von Zinin selbst, später von Victor Meyer und Oelkers²⁾, ferner von Wilhelm Wachter³⁾ in wenigen Punkten modifizirt worden.

Nicht immer hat man befriedigende Ausbeuten an Desoxybenzoïn erzielt⁴⁾. Der Grund hierfür liegt ohne Zweifel darin, dass kleine Aenderungen in der Reinheit und in den Mengenverhältnissen der Ingredientien, in der Dauer und der Art des Erhitzen wesentlich zur Bildung anderer Reductionsproducte⁵⁾ (Hydrobenzoïn, Stilbenhydrat,

¹⁾ Ann. d. Chem. 119, 180 [1861]. ²⁾ Diese Berichte 21, 1296 [1888].

³⁾ Diese Berichte 25, 1728 [1892].

⁴⁾ Zinin, Ann. d. Chem. 149, 375 [1869], J. Thiele, Ann. d. Chem. 319, 163 [1901] und Andere. Beide schlagen vor, als Ausgangsmaterial für die Darstellung des Desoxybenzoïns das Chlorobenzil zu verwenden.

⁵⁾ Zinin, Ann. d. Chem. 126, 218 [1863]. — Limprecht und Schwabert, Ann. d. Chem. 155, 59 [1870]. — Goldenberg, Ann. d. Chem. 174, 332 [1874].

Dibenzyl, Benzoïnpinakon und Desoxybenzoïnpinakon) beitragen. Von diesen Verbindungen lässt sich dann das Desoxybenzoïn nur schwierig durch fractionirte Destillation oder Krystallisation trennen.

Da ich nun in letzter Zeit mehrfach dieses Keton als Ausgangsmaterial für einige Synthesen verwenden liess, haben zwei meiner Mitarbeiter, Karl Russwurm¹⁾ und Karl Niedenzu²⁾, ein Verfahren ausgearbeitet, nach dem man stets auf eine Ausbeute von 60—75 pCt. rechnen darf.

Ich beschreibe es mit allen seinen Einzelheiten:

Nachdem man zu einer siedenden Lösung von 100 g Benzoïn in 250 g 90-prozentigem Alkohol 100 g reines Zink³⁾ gegeben hat, leitet man so lange trocknes Chlörwasserstoffgas ein, bis alles Zink verschwunden ist. Durch Eingießen dieser Lösung in zwei bis drei Liter heißes Wasser und darauffolgendes, mehrstündigiges Erwärmen auf dem Wasserbade sammelt sich das rohe Desoxybenzoïn am Boden des Gefäßes an. Beim Erkalten erstarrt es zu einem gelben, festen Kuchen. Dieser wird in kleine, dünne Scheiben geschnitten und mehrere Tage im Exsiccator über Schwefelsäure getrocknet. Das nunmehr staubförmige Product wird aus einer Retorte in Portionen von etwa 50 g destilliert. Man fängt den zwischen 315—320° übergehenden Theil gesondert auf. Er erstarrt in der Vorlage zu einem schwach gelblichen Kuchen, der nach dem Umkrystallisiren aus leicht siedendem Petroläther oder aus 90-prozentigem Alkohol reines Desoxybenzoïn liefert.

Wir erhielten einmal aus 100 g Benzoïn 77 g rohes, bezw. 72 g reines Desoxybenzoïn, d. h. 77 pCt. der theoretischen Ausbente. In der Regel kann man auf 60—65 pCt. rechnen.

Ich bemerke ausdrücklich, dass man bei Verwendung von unreinem Zink ein schmutzig-graues, halb öliges Product erhält, und dass ferner ein sorgfältiges Trocknen des Rohketones vor der Destillation unerlässlich ist.

¹⁾ Ann. d. Chem. 308, 156.

²⁾ Diese Berichte 34, 3897 [1901].

³⁾ Zink I von C. A. F. Kahlbaum, Preis pro kg 5 Mark.