

getrennt. Der zähflüssige Anteil siedete nach kurzem Vorlauf einigermaßen konstant bei 153—154° (14 mm). Er enthielt Brom und Arsen. Die bei der Analyse gefundenen Werte (C 48.50, Br 23.28, As 24.43, M 264) zeigten, daß eine einheitliche Verbindung nicht vorlag. Auf eine Trennung mußte bei der geringen Menge verzichtet werden. Der dünnflüssige Anteil siedete in der Hauptsache bei 116—120° (14 mm). Der zu tiefe Siedepunkt — Sdp. des Cyclopentamethylen-phenyl-arsins: 140° — ist bei der minimalen Menge des sicher nicht völlig reinen Körpers verständlich. Der Körper war fast bromfrei.

0.2054 g Sbst. mit $\text{Na}_2\text{O}_2 + \text{KNO}_3$ aufgeschlossen und auf 500 ccm aufgefüllt. 50 ccm davon verbrauchten 0.64 ccm $\frac{1}{10}\text{-AgNO}_3$. 400 ccm gaben 0.1164 g $\text{Mg}_2\text{As}_2\text{O}_7$.

$\text{C}_{11}\text{H}_{15}\text{As}$. Ber. Br 0.00, As 33.82.

Gef. » 0.49, » 34.82.

Daß die Substanz, die auch den Geruch des Cyclopentamethylen-phenyl-arsins zeigte, der Hauptsache nach auch aus diesem bestand, bewies die Bildung des Bromcyanids durch Zugabe einer ätherischen Bromcyan-Lösung, das nach Überführung in das Oxybromid durch dessen Schmp. und Mischschmp. von 162.5° charakterisiert wurde.

107. Artur Wolfram: Apparat zum Filtrieren in feuchtigkeits-freien oder indifferenten Gasen.

[Aus dem Organ.-chem. Institut der Techn. Hochschule Dresden.]

(Eingegangen am 9 Februar 1921.)

Bei der Darstellung der von Steinkopf und Müller, sowie Steinkopf und Wolfram beschriebenen Additionsprodukte von Bromcyan an tertiäre Arsine¹⁾ wurde ein Apparat benötigt, der Darstellen, Abfiltrieren und Trocknen dieser außerordentlich feuchtigkeits-empfindlichen Substanzen in einer Operation bei völligem Ausschluß von Feuchtigkeit gestattete. Von den für ähnliche Zwecke konstruierten Apparaten haben die meisten den Nachteil, Hähne zu verwenden, durch die sich aber feste Niederschläge nicht immer mit der nötigen Leichtigkeit durchsaugen lassen²⁾. Der von Schmidlin³⁾ zur Darstellung des Triphenylmethyls angegebene, recht zweck-

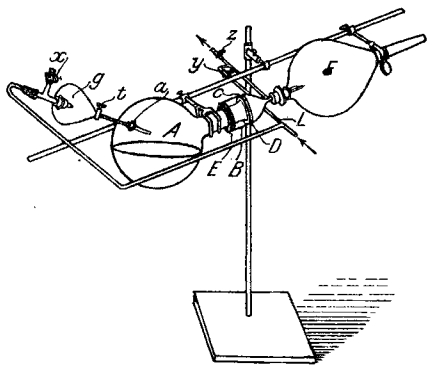
¹⁾ Siehe die beiden voranstehenden Mitteilungen.

²⁾ Siehe z. B. Beckmann und Paul, A. 266, 4 [1891]; Steinkopf, B. 40, 400 [1917]; Radulescu, C. 1908, I 1832.

³⁾ Schmidlin, B. 41, 423 [1908]. Siehe auch Weikel, A. 372, 17 [1910]; Thal, B. 46, 2840 [1913].

mäßige Apparat war für obige Zwecke ebenfalls nicht gut verwendbar. Da die Arbeiten über Bromcyan-Addition im hiesigen Institut fortgesetzt werden, sei die von mir konstruierte Vorrichtung kurz beschrieben.

Der parallelwandige Hals des Rundkolbens A drückt mit seinem abgeschliffenen Rande das gehärtete Filtrierpapier C auf die Porzellanfilterscheibe D, die sich in einem Trichterrohr B befindet, wie sie zur Aufnahme von Gooch-Tiegeln Verwendung finden. Die Dichtung zwischen dem Kolbenhals und dem Trichterrohr ist durch den Gummiring E hergestellt. Das Trichterrohr sitzt auf dem Scheidetrichter F mit Hilfe eines doppelt-durchbohrten Gummistopfens, durch dessen zweite Bohrung ein Glasrohr zur Pumpe führt. Der durch Tubus a geführte Tropftrichter G reicht nicht ganz bis zum Mittelpunkt des Rundkolbens. Der Tropftrichter trägt ein T-Rohr, dessen einer Teil mit Gummischlauch und Quetschhahn x verschlossen ist, während der andere Teil ein mit Schlauch abgedichtetes, engeres, zur Einleitung eines indifferenten Gases bestimmtes Glasrohr besitzt. Die ganze Apparatur wird mit Klammern an einem Eisenstabe befestigt, der drehbar an einem Stativ angebracht ist. Gaszu- und -ableitung sind durch Rohr L verbunden, das durch Hahn y verschlossen ist.



Bei der Ausführung der Reaktion befindet sich die Apparatur in der gezeichneten Lage. Die eine Reaktionskomponente, im gegebenen Falle die ätherische Arsinlösung, wird in Kolben A gegeben, durch den sorgfältig getrockneten Apparat wird unter gleichzeitigem schwachen Saugen trockne Luft bzw. Kohlensäure geleitet, Hahn y und t geschlossen, der Tropftrichter mit der zweiten Reaktionskomponente, der ätherischen Bromcyan Lösung, beschickt, der Tubus des Tropftrichters wieder mit dem Gaszuleitungsrohr versehen, bei geöffnetem Hahn x mit Kohlendioxyd gefüllt, x wieder geschlossen, t geöffnet und der Inhalt des Tropftrichters in Kolben A gesaugt. Damit sich der sich bildende Niederschlag nicht an der Wandung festsetzt, wird der Kolben während der Zugabe ein wenig hin und her bewegt. Nach Beendigung der Reaktion wird die Apparatur durch Drehen in vertikale Lage gebracht; Niederschlag und Mutterlauge gelangen in den Kolbenhals und werden durch kräftiges Saugen von einander getrennt. Dann wird zur Aufhebung des Unterdruckes im Scheidetrichter t geschlossen und y geöffnet. Jetzt kann die Mutter-

lange abgelassen werden, ohne daß Luft in die Apparatur dringt. Durch Auswaschen mit Äther bzw. Petroläther, der wie die Bromcyan-Lösung eingeführt wird, lassen sich die letzten, eventuell noch im Kolben verbliebenen Reste des Niederschlages auf das Filter bringen. Zum Trocknen wird längere Zeit Kohlendioxyd bzw. Luft durch den Apparat geleitet, die selbstverständlich sorgfältig mit Chlorcalcium, Schwefelsäure und Phosphorpentoxyd getrocknet sein muß.

Berichtigung.

Jahrg. 54, Heft 3, S. 522 gehört der unter Hendeka-stearyl-raffinose angefügte Absatz: »Wir haben außerdem war dieselbe.« auf derselben Seite oben an den Schluß des von der Hendeka-palmityl-raffinose handelnden Teils der Abhandlung.
