

Arbeiten aus dem pharmazeutisch-chemischen Laboratorium zu Königsberg.

Mitgeteilt von A. Partheil.

Eine bequeme Darstellung von Trimethylen.

Von Dr. H. Haehn.

(Eingegangen den 2. X. 1907.)

Bei der Darstellung kleiner Mengen von Aethylen für Vorlesungszwecke versuchte ich das von Sabanejew¹⁾ empfohlene gekörnte Zink bei seiner Einwirkung auf eine alkoholische Lösung von Aethylenbromid mit gutem Erfolg durch Zinkwolle zu ersetzen. Zinkwolle ist von Kühling²⁾ in Heumann's bekannter Anleitung zum Experimentieren zur bequemen Erzeugung der Zinkflamme empfohlen und dürfte als Ersatz für Zinkstaub mehrfach eine zweckmäßige Verwendung im Laboratorium finden können.

Zur Darstellung des Trimethylens schreibt Gustavson³⁾ vor, ein Gemisch aus 10 g Trimethylenbromid und 15—20 g Weingeist von 75% mit 12 g Zinkstaub auf 50—60° zu erhitzen. Als ich auch hier den Ersatz des Zinkstaubs durch Zinkwolle versuchte, zeigte sich, daß die Reaktion für Vorlesungszwecke zu langsam verlief. Ich gelangte aber durch eine kleine Abänderung zu dem gewünschten Ziele.

3,3 g Zinkwolle, 16 g Amylalkohol und 10 g Trimethylenbromid brachte ich in ein kleines Glaskölbchen mit aufgeschliffenem Rückflußkühler, von dem aus ein Gasableitungsrohr zu einer pneumatischen Wanne führte. Das Kölbchen stand auf einem mit Asbesteinlage versehenen Drahtnetz und wurde mit der kleinen Flamme eines Bunsenbrenners erhitzt. Nach 5 Minuten langem Erhitzen begann die Gasentwicklung, nach 10 Minuten zeigte eine Reagensglasprobe, daß mit dem Auffangen des Trimethylens begonnen werden konnte. Nach weiteren

¹⁾ Beilstein, Handbuch I., 112.

²⁾ Heumann-Kühling, 3. Aufl., S. 654. Zinkwolle liefert Aug. Bühne & Co., Freiburg i. Breisgau.

³⁾ J. pr. Chem. (2), 36, 300.

7 Minuten war ein 130 ccm fassender Glaszylinder mit dem Gase gefüllt. In einer Stunde, von Beginn des Versuchs an gerechnet, konnten fünf solcher Zylinder voll Trimethylen gewonnen werden, ein mehr als ausreichendes Quantum, um die Eigenschaften dieses einfachsten zyklischen Kohlenwasserstoffs zu demonstrieren.

Das auf dem beschriebenen Wege erhaltene Trimethylen enthält, ebenso, wie das nach Gustavsons (l. c.) Vorschrift dargestellte Gas, eine Verunreinigung von Propylen. Wo es nötig ist, kann man diese Beimengung nach den Angaben von Wolkow und B. N. Menschutkin¹⁾ beseitigen.

Ueber Mennige und ihre Prüfung.

Von A. Partheil.

Das dritte Deutsche Arzneibuch ließ die Mennige in der Weise prüfen, daß, wenn 5 g derselben in 10 ccm Salpetersäure und 10 ccm Wasser mit Hilfe von 1 g Zucker gelöst und die Lösung mit gleichviel Wasser verdünnt wurde, nur ein geringer, nicht über 0,075 g betragender Rückstand bleiben solle. Th. Salz²⁾ wies gegenüber dieser Vorschrift darauf dahin, daß 10 ccm Salpetersäure nicht immer ausreichend seien, um die Mennige unter Zuckerezusatz in Lösung überzuführen, mindestens 12 ccm seien erforderlich.

Als reduzierendes Agens sind nun im Laufe der letzten, etwa zehn Jahre an Stelle des Zuckers andere Stoffe empfohlen worden, von denen ich, ohne Anspruch auf Vollständigkeit der Literaturangaben erheben zu wollen, die folgenden erwähne. H. B. Cayax³⁾ empfiehlt rauchende Salpetersäure; F. H. S. Frehse⁴⁾ spricht vom Behandeln mit Salpetersäure und einer reduzierenden organischen Substanz wie Formol, Zucker. Die Angabe von Formol beruht sicher auf einen Irrtum. Von anderer Seite⁵⁾ werden Alkohol oder Oxalsäure vorgeschlagen und die Anwendung der letzteren schreibt

¹⁾ Ber. d. D. chem. Ges. 31, 3067.

²⁾ Pharm. Ztg. 1897, 211.

³⁾ Pharm. Centralh. 1897, 773.

⁴⁾ Ann. Chim. anal. appl. 11., 176, nach Chem. Zentralbl. 1906, II., 166.

⁵⁾ Real-Enzyklopädie III., 55; E. Schmidt, Pharm. Chem. 4. Aufl., I., 706.