
**Anleitung Zur Darstellung Organischer Präparate
(German Edition)**

Fischer Emil

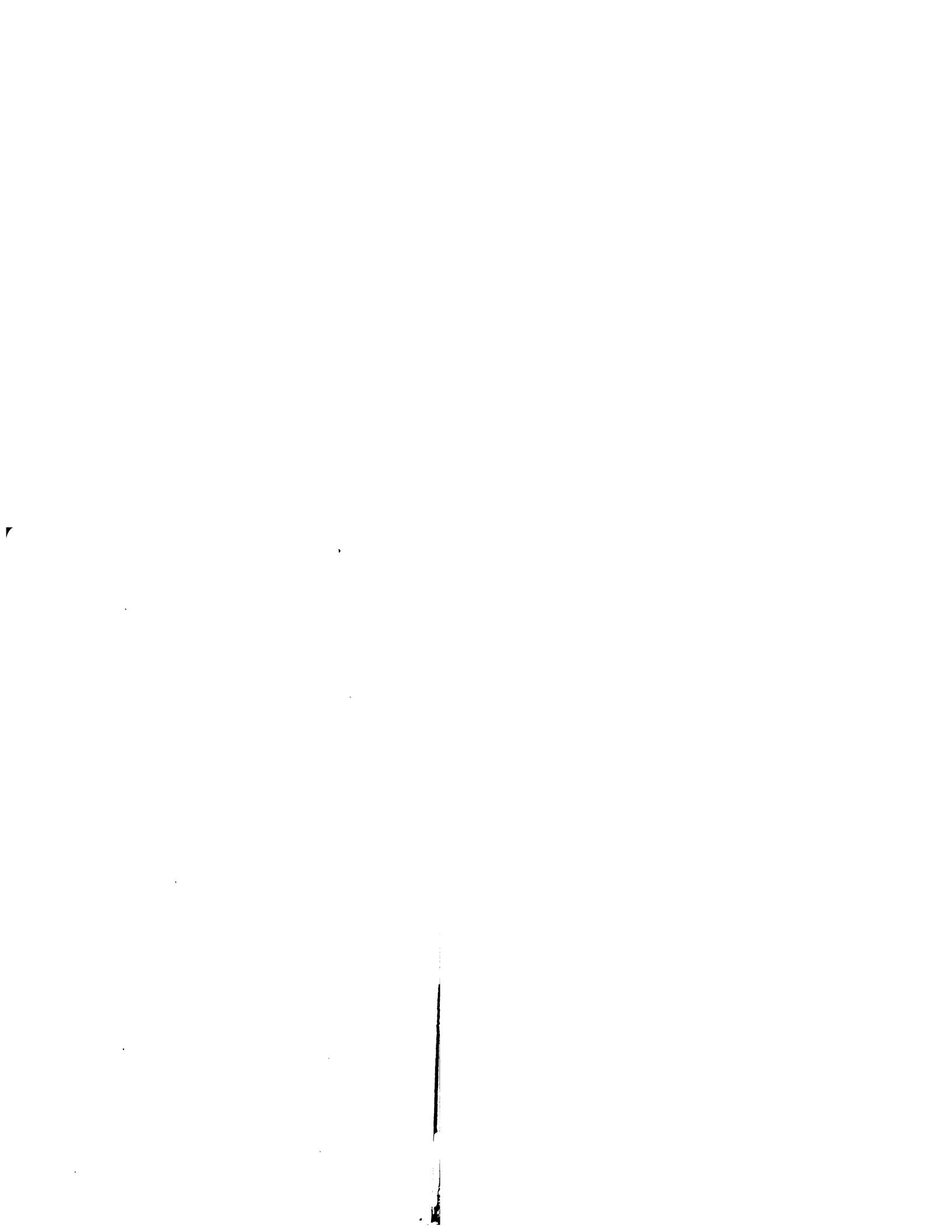
Title: Anleitung Zur Darstellung Organischer Präparate (German Edition)

Author: Fischer Emil

This is an exact replica of a book. The book reprint was manually improved by a team of professionals, as opposed to automatic/OCR processes used by some companies. However, the book may still have imperfections such as missing pages, poor pictures, errant marks, etc. that were a part of the original text. We appreciate your understanding of the imperfections which can not be improved, and hope you will enjoy reading this book.







ANLEITUNG

zur Darstellung

ORGANISCHER PRÄPARATE

von

EMIL FISCHER,

Professor der Chemie an der Universität Berlin.

Mit 20 Abbildungen.

Vierte
neu durchgesehene und vermehrte Auflage.

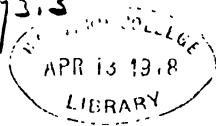


WÜRZBURG.

Verlag der Stahel'schen kgl. Hof- und Universitäts-
Buch- und Kunsthandlung.

1893.

Urey 465.93.3



Rev. G. S. Hutchins
Concord, Mass. D

Vorwort.

Diese Anleitung ist vor 4 Jahren in Erlangen entstanden aus dem Bedürfniss, mir und dem Assistenten den anfänglichen praktischen Unterricht in der organischen Chemie zu erleichtern.

Vor Jahresfrist wurde dieselbe für die Praktikanten des Würzburger Laboratoriums von Neuem bearbeitet und autographirt. Da in kurzer Zeit alle Exemplare vergriffen waren und seitdem öfters von Auswärts weitere Nachfragen kommen, so habe ich mich entschlossen, sie drucken zu lassen.

Für die Auswahl und Anordnung der Präparate waren meist praktische Rücksichten, wie Preis der Materialien und Apparate, Leichtigkeit, Schnelligkeit und Gefahrlosigkeit der Operationen massgebend.

Die Vorschriften sind öfters geprüft und so gehalten, dass der Studirende sämmtliche Präparate in einem Semester mit einem Kostenaufwand von ungefähr 40 Mark für die Materialien darstellen kann.

IV

Fast alle Operationen und die gebräuchlichsten synthetischen Methoden sind in Beispielen erörtert.

Theoretische Erörterungen wurden möglichst vermieden, weil es für den Studirenden anregender ist, an der Hand der Beobachtungen aus den Original-Abhandlungen, den Lehrbüchern oder durch mündlichen Unterricht Aufschluss über den Verlauf der Reactionen zu erhalten.

Bei der Ausarbeitung und praktischen Prüfung der Vorschriften bin ich von Herrn Dr. *Wilhelm Wislicenus* unterstützt worden, wofür ich demselben hier besten Dank sage.

Würzburg, Juli 1887.

E. Fischer.

1. Nitrobenzol. $C_6H_5.NO_2$.

In einem Kolben von circa 300 cc Inhalt werden 150 gr concentrirte Schwefelsäure und 100 gr gewöhnliche Salpetersäure (v. spec. Gew. 1,41) gemischt, das Gemisch auf Zimmertemperatur abgekühlt und dazu 50 gr Benzol in kleinen Portionen unter häufigem Umschütteln zugefügt.

Der Kolben darf nicht verschlossen sein, weil während der Reaktion Gase entweichen. Während der Operation scheidet sich das Nitrobenzol als ölige Schicht auf dem Säuregemisch ab.

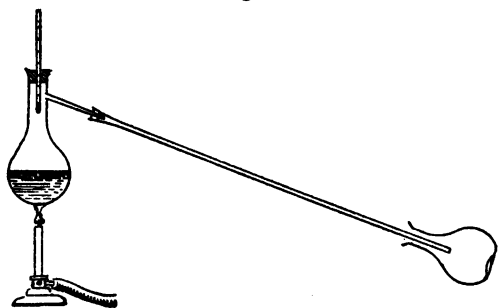
Eine Probe desselben in Wasser gegeben muss untersinken, im andern Falle ist noch viel unverändertes Benzol zugegen. Wenn alles Benzol eingetragen ist, setzt man das Schütteln bei gleichzeitigem Erwärmen auf circa 60° noch etwa $\frac{1}{2}$ Stunde fort.

Dann wird die ganze Masse in circa 1 Liter Wasser eingegossen, umgerührt und das abgeschiedene, untersinkende Oel im Scheidetrichter von der sauren Lösung getrennt. Das Oel wird nochmals mit Wasser gewaschen, im Scheidetrichter möglichst vollständig von dem Wasser getrennt und in einem Kölbchen von circa 100 cc mit 5—10 gr gekörntem Chlorcalcium zusammengebracht.

Schüttelt man das Gemisch häufiger um, so ist das Oel nach 12 Stunden hinreichend trocken. Es wird jetzt von dem Chlorcalcium in ein Fractionirkölbchen

abgegossen, welches nur etwa zur Hälfte von der Flüssigkeit gefüllt sein darf. Die Fractionirung wird in dem beistehenden Apparate (Fig. 1) vorgenommen.

Fig. 1.



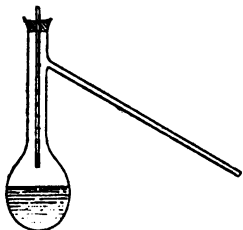
Zuerst gehen gewöhnlich geringe Mengen von Benzol und Wasser über, welche besonders aufgefangen werden. Dann steigt das Thermometer rasch auf circa 200° und jetzt destillirt innerhalb weniger Grade das Nitrobenzol über.

Die Destillation wird unterbrochen, wenn der Inhalt des Kolbens sich stark bräunt. Zur vollständigen Reinigung kann man das Nitrobenzol einer zweiten Destillation unterwerfen. Bei sorgfältiger Operation erhält man 80—85% der theoretischen Ausbeute an reinem Nitrobenzol.

Den Siedepunkt des Nitrobenzols findet man bei diesem Verfahren um einige Grade zu niedrig, weil nur ein Theil des Quecksilberfadens des Thermometers durch den Dampf erhitzt wird. Der Apparat genügt aber für den vorliegenden Zweck, wo es sich um die Trennung des Nitrobenzols von unverändertem Benzol oder sehr hochsiedendem Dinitrobenzol handelt.

Für genaue Siedepunktbestimmungen benutzt man Fractionirkolben mit langem Halse von beistehender

Fig. 2.

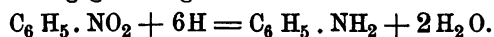


Form und kurze Thermometer (Fig. 2) (bei hoch siedenden Körpern die von *Zincke* angegebene Form). Während der Destillation soll der Quecksilberfaden sich ganz im Dampfe befinden.

Derselbe Apparat dient zur Prüfung der Thermometer, wobei man Wasser, Naphtalin, Diphenylamin u. s. w. als Siedeflüssigkeiten benutzt. Dabei ist auch der Barometerstand zu berücksichtigen.

2. Anilin. $C_6H_5 \cdot NH_2$.

Bildungsgleichung:



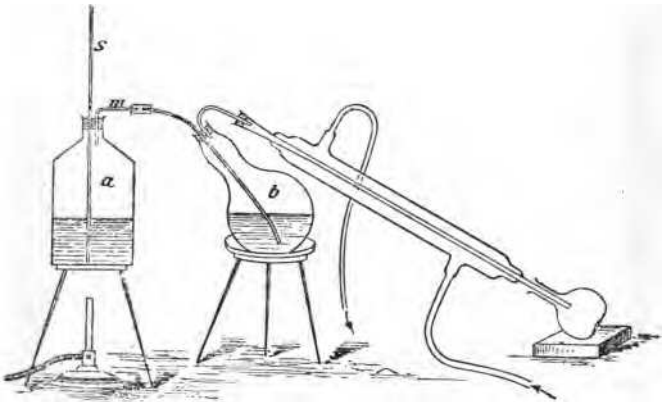
Als Reduktionsmittel kann man Zinn, Zink, Eisen und verschiedene Säuren oder auch Schwefelammonium anwenden. Für Versuche im Kleinen, wo es weniger auf den Preis der Materialien ankommt, eignet sich besonders Zinn und Salzsäure. 90 gr granulirtes Zinn und 50 gr Nitrobenzol werden in einem Kolben von circa 1 Liter Inhalt zusammengebracht und unter häufigem Umschütteln zu dem Gemenge starke Salzsäure in kleinen Portionen zugefügt. Die Masse erwärmt sich ziemlich stark und man thut gut, die Heftigkeit der Reaktion durch zeitweises Einstellen des Kolbens in kaltes Wasser zu mässigen. Die Reaktion ist beendet, wenn der Geruch des Nitrobenzols ganz verschwunden.

Während der Operation scheidet sich sehr häufig das Zinndoppelsalz des Anilins als weisse Krystallmasse aus der Lösung ab. Zum Schluss fügt man so viel Wasser zu, dass dieses Salz vollständig gelöst ist und giesst dann von dem unveränderten Zinn ab.

Die saure Lösung wird jetzt mit einem Ueberschuss von concentrirter Natronlauge versetzt, bis die anfangs ausgeschiedene Zinnsäure zum grössten Theil wieder in Lösung gegangen ist. Das Anilin wird hierbei als Oel ausgeschieden. Man kann dasselbe direkt mit Aether extrahiren — eine Methode, die bei ähnlichen Körpern allgemein anwendbar ist. Zweckmässiger ist es indessen, die Base zunächst mit Wasserdämpfen zu destilliren.

Für diese Operation dient beistehender Apparat (Fig. 3). *a* ist eine Blechflasche, in welcher der Was-

Fig. 3.



serdampf erzeugt wird, versehen mit der Sicherheitsröhre *s* und dem Abzugsrohr *m*. Der Kolben *b* enthält die Anilinlösung und ist schief gestellt, um das Ueberspritzen von Flüssigkeit in den Kühler zu vermeiden. Derselbe braucht nicht erwärmt zu werden. Das Anilin geht sehr leicht mit den Wasserdämpfen über; die Operation wird unterbrochen, wenn das Destillat klar abläuft. Das ölig abgeschiedene Anilin kann von dem wässrigen Destillate durch Abheben ge-