

Om

Döglal og Æthal

samt flere af de deraf dannede Forbindelser.

Ved

E. A. Scharling.

I Aarene 1846—47 foretog jeg en Undersøgelse af den saakaldte *Döglingtran* og viste, at denne Art Tran, ligesom Hvalrav, ikke er noget Glycerid, men en Forbindelse af fede Syrer med cetylligtelignende Legemer. Den dertil anvendte Tran var udsmettet paa Færøerne af Döglingspæk. Ved min Collega Professor Steenstrups venskabelige Hjælp har jeg senere faaet Leilighed til selv at udsmelte Fedtet af et Döglingskelet. Herved blev det muligt for mig dels at erfare, hvorvidt Tran af Dyrets Skelet forholder sig eens med den Tran, som er udsmettet af Döglingens Spæk, dels nærmere at undersøge de indifferente Stoffer, som dannes ved Trannens Forsæbning.

Ved en Misforstaaelse fik jeg ikke Skelettets Hoved til Udkogning, men kun Ryghvirvlerne og de dermed forbundne Been. Idet disse paa passende Maade bleve paavirkede af Vanddampe til 100° C. i en aaben Tønde, udflød omtrent 10 Kilogrammer Tran. Den saaledes erholdte Tran indeholdt en saa stor Mængde Hvalrav, at jeg ved Afkjøling og Presning omtrent erholdt et halvt Kilogram.

Den övrige Deel af Trannen blev i 24 Timer digereret med en Opløsning af Kalihydrat i Viinaand (1 Deel Kalihydrat mod 6 Dele Tran), derpaa kogt med denne Opløsning omtrent i 2 Timer. Herved erholdtes en aldeles klar Opløsning, hvortil blev tilsat en varm, viinaandig Opløsning af Chlorcalcium. Bundfaldet, som erholdtes, efterat den ovenstaaende endnu varme Vædske var aftaget ved en Hævert, blev 4 Gange udkogt med Viinaand og derpaa samlet paa et Filter.

De erholdte Opløsninger bleve underkastede en Destillation for at bortskaffe den største Deel af Viinaanden. Til Resten i Destilleerkjedlen blev gydt Vand, og ved længere fortsatte og gjentagne Kogninger fjernedes al Viinaand og Chlorcalcium fra de udskilte indifferente Fedtstoffer. For at rense disse, som indeholdt Salte af Kalk og fede Syrer, blev en Deel af Massen underkastet en Destillation over aaben Ild. Destillationen blev ledet med stor Forsigtighed og saaledes, at Varmen kun langsomt steg til 260° C. Ved denne Varme kogte Fedtstoffet i Retorten; men der overdestilleredes forholdsvis meget lidt.

Det ved almindelig Varme flydende Destillat var meget let opløseligt i Viinaand til 84° Tr., og denne Opløsning reagerede ligesom Destillatet aldeles neutralt. Destillatet havde imidlertid en svag empyreumatisk Lugt og viste sig at bestaae af flere Stoffer; thi efter flere Dages Henstand i et Værelse, hvis Varme var 3° C., udkrystalliserede en Deel, medens den anden Deel forblev flydende. Resten af den indifferente Fedtmasse blev underkastet en Destillation ved Hjælp af overhedede Vanddampe, hvis Varme i Begyndelsen var 200° C., men senere 260° C. Ogsaa paa denne Maade gik Destillationen temmelig langsomt, men Destillatet var frit for al empyreumatisk Lugt.

For at fjerne de mere flydende Dele af Destillatet fra de mindre flydende underkastedes Destillatet en meget langsom Presning efter at være afkjølet til 3° C. Herved erholdtes et flydende Fedtstof, som, afkjølet til 0° , störkneede; ved at underkaste dette störkneede Fedtstof en meget langsom Smeltning — Operationen medtog flere Dage — blev det muligt at fjerne en lille Qvantitet af en tungere smeltelig Masse end Resten. Den lettest smeltelige Deel, som endnu er flydende ved 0° C., formodedes at være Döglal eller den til Döglingsyren svarende Alkohol.

Derimod forholdt den tungest smeltelige Deel af det indifferente Destillat sig som Æthal. Ved gjentagne Gange at lade dette Æthal omkrystallisere af en i Varme tilberedt Opløsning i Alkohol, hver Gang stærkt at afpresse de ved Opløsningernes Afkjøling erholdte Krystaller og senere flere Gange omsmelte dem med Vand, erholdtes et haardt, sprødt, ved 54° C. smeltende Legeme, som besad de Æthalet i Almindelighed tillagte Egenskaber. Med Hensyn til de quantitative Forhold, saa erholdtes af de 10 Kilogrammer Tran $\frac{1}{2}$ Kilogram Hvalrav, omtrent 250 Grammer Döglal, $\frac{1}{2}$ Kilogram Æthal og noget over 1 Kilogram af indifferente Stoffer, hvis Smeltepunkter vare meget forskellige, men som jeg indtil videre betragter som Blandinger af Æthal og Döglal.

Den Omstændighed, at Æthal overdestilleres lettere end Döglal, fremkaldte den Formodning hos mig, at Æthalet ved en i længere Tid vedligeholdt Ophedning muligen blev omdannet til Döglal. For at prøve, om dette var Tilfældet, fyldtes to Glasrör med Æthal; det ene af disse Rör holdtes aabent, det andet blev tilsaltet lufttæt. Derpaa udsattes disse Rör i et Oliebad for en Varme, som vexlede mellem 240 og 260° C. Denne Ophedning fortsattes i 3 Dage, men hver Dag kun i 8 Timer. Efter denne Tid fandtes Smeltepunktet af Æthalet i disse Rör uforandret at være 54° C. Min Formodning om Döglalets Fremkomst som Følge af Æthalets Omdannelse ved den til Döglalets Destillation anvendte Varme fandtes altsaa ikke bekræftet.

Det ovenomtalte Döglal havde jeg deels analyseret ved Forbrænding, deels deraf fremstillet forskjellige Forbindelser og foretaget flere elementaire Analyser af disse Forbindelser, da jeg blev bekendt med Professor Heintz seneste Arbeide over Æthal. Som bekendt havde Heintz tidligere søgt at bevise, at ved Forsæbningen af Hvalrav udskilles foruden Æthal deels et indifferent Legeme, hvis Sammensætning han fandt at svare til Formlen $C_9H_9O^*$), deels et med Æthal analogt Legeme, som ved passende Behandling giver Anledning til Dannelsen af Stearinsyre, hvilket sidste Stof Heintz tillægger Navnet Stethal.**)

I en senere Afhandling, hvoraf jeg dog endnu kun kjender de korte Beretninger, som ere optagne i flere Journaler af „Monatsberichte der K. Pr. Akad. d. W. zu Berlin“, angiver Heintz, at der i Hvalrav foruden Stethal og Æthal endnu findes to indifferente Legemer, som han kalder Methal og Lethal.

Disse forskjellige Undersøgelser af Heintz ere ledsagede af den Bemærkning, at, som en Følge af, at det, man tidligere ansaae for reent Æthal, i Virkeligheden er en Blanding af flere Stoffer, maae Fridau's Arbeide over Cetylforbindelserne***) tildeels have tabt deres Betydning, idet Fridau efter Heintz's Mening ikke skal have analyseret kemisk rene Forbindelser, men mechaniske Blandinger af flere beslægtede Stoffer. Denne Bemærkning gjorde det naturligviis til en Nødvendighed for mig saavidt muligt at prøve, om det af mig fremstillede Döglal og de deraf dannede Forbindelser ikke ligeledes vare Blandinger af flere forskjellige Stoffer.

Da jeg endvidere ved at følge de af Heintz angivne Metoder til at adskille forskjellige Blandinger af fede Syrer, kom til lignende Resultater som han, saa foretog jeg mig ligeledes at prøve mit Döglal paa en lignende Maade, som Heintz har undersøgt Æthalet. 30 Grammer Döglal blandet med 120 Grammer Kali-Kalk ophededes i et Metalbad til $270^\circ C.$; ved denne Varme indtraadte en temmelig livlig Udvikling af brændbar Luft; efter at denne Luftudvikling var standset, hvilket indtraf temmelig pludseligt, blev Kolbens Indhold nærmere undersøgt. Det viste sig herved, at som Hovedmasse var erholdt Döglingsyre; thi ved Glødning af Magnesiumsaltet erholdtes 6,78 % Magnesia, og ved Glødningen af Barytsaltet med Svovelsyre erholdtes 38,5 % svovelsyret Baryt; men tillige erholdtes tydelige Spor af andre fede og mindre let smeltelige Syrer, hvis Mængde imidlertid var for ringe til, at man ved nærmere Undersøgelse kunde vente at erholde tilfredsstillende Resultater.

*) Da Heintz selv tvivler paa, at dette Legeme har været kemisk reent, saa er det ikke usandsynligt, at Hovedmassen af dette Stof har været Döglal, men tillige indeholdt lidt Viinaand og Æthal.

***) Annalen der Physik und Chemie, von Pogg. 87 B., Side 580.

****) Annalen der Chemie und Pharm., B. 83, Side 1.

Det var mig ved denne Leilighed paafaldende at bemærke en Lugt af flygtige fede Syrer, da jeg decomponerede Kali-Kalksaltene ved Saltsyre, ligesom jeg ogsaa antog, at den udviklede brændbare Lufts Lugt muligens hidrørte fra lidt Kulbrinte.

Med andre Ord, jeg troede ikke at kunne tiltræde Heintz's Mening, at Dannelsen af flere fede Syrer ved Ophedningen af et indifferent Stof, som Æthal eller Döglal, med Kali-Kalk, egentlig afgiver noget fuldstændigt Beviis paa, at det anvendte indifferente Legeme var en Blanding af flere Stoffer; men at der ved den foretagne Ophedning ikke alene foregaaer en Udskilling af Brint, men tillige flere Omdannelser af Legemets andre Bestanddele. For nærmere at komme til Kundskab herom foretoges nu nogle Forsög deels med Æthal deels med Palmitinsyre, hvilke Stoffer hvert for sig bleve ophedede med den 6-dobbelte Vægt Kali-Kalk i Metalbade til 270-275° C. Jeg lod med Villie ikke Varmen stige höiere for at være fuldkommen sikker paa ikke at anvende en stærkere Varme end den af Heintz benyttede.

For at prøve, om den udviklede brændbare Luft ikke indeholdt nogen Kulforbindelse, forbandtes Kolben i Metalbadet med et Gasometer, som var fyldt med Qvælstof, saa at man under Ophedningen, som varede i flere Timer, kunde udelukke Indvirkningen af den i Apparaterne værende atmosfæriske Luft ved at lade en Ström af Qvælstof uafbrudt stryge gennem Apparaterne. Den under Ophedningen i Kolben dannede og udviklede Luft lededes saaledes, blandet med Qvælstof, gennem et med chromsyret Blyilte fyldt Glasrör, som holdtes glödende i en sædvanlig Ovn til elementaire Analyser; fra Forbrændingsröret lededes da Luften til en Flaske, som var fyldt med Barytvand, for at see, om der ved denne Leilighed var dannet nogen Kulsyre. Dette var dog ikke Tilfældet, og den udviklede brændbare Luft var altsaa Brint, saaledes som Heintz havde angivet.

For at prøve, om der under Ophedningen virkelig ikke blev dannet Kulsyre i Kolben med Kali-Kalken, bestemtes först, hvormegen Kulsyre der fandtes i 30 Grammer af denne Kali-Kalk, og senere, hvormegen Kulsyre der fandtes i andre 30 Grammer af samme Kali-Kalk, efter at den i længere Tid havde været ophedet med 5 Grammer Æthal til 270° C. I sidste Tilfælde fandtes 0,0406 \bar{C} mere end i første, og jeg antager derfor, at der er bleven dannet Kulsyre ved Æthals Ophedning til 270° C. med Kali-Kalk.

Derefter blev 5 Grammer Palmitinsyre, som gjentagne Gange var omkrystalliseret af Viinaand, udkogt med Vand og senere omsmeltet, blandet med 40 Grammer Kali-Kalk og ophedet i et Metalbad ved en Varme, som ikke oversteg 270° C. Da der ikke udvikledes flere Luftblærer ved denne Varme, blev Kolbens Indhold styrtet i Vand, og senere tilsattes Saltsyre. Herved bemærkedes en kjendelig Lugt af Smörsyre. Da al Kali-Kalk var oplöst, frafiltreredes den udskilte fede Syre, hvis Smeltepunkt fandtes omtrent 2 Grader höiere end Smeltepunktet af den anvendte Palmitinsyre. Den filtrerede vändige Oplösning blev underkastet en Destillation. Da omtrent $\frac{3}{4}$ af Kolbens Indhold var overdestilleret, blev

Destillatet mættet med Barytvand og denne Opløsning inddampet til Tørhed. Det saaledes erholdte Salt udkogtes med Viinaand til 84 % Tralle, og ved Inddampning og Afkjøling af den saaledes erholdte viinaandige Opløsning erholdtes Krystaller, som, kastede paa Vand, roterede. Ved at behandle saadanne Krystaller med Viinaand og Svovelsyre dannedes en kjendelig Mængde Smøræther, og ved at gløde 0,218 Gram af de ved 110° C. tørrede Krystaller, efter Tilsætning af lidt Svovelsyre, erholdtes 0,153 Gram svovelsyret Baryt eller 45 % Baryt.

Smørsyret Baryt indeholder 48 %, og Saltet har altsaa ikke været reent — Noget, det dog her kom mindre an paa end paa Godtgjørelsen af, at der er dannet flygtige fede Syrer ved Ophedningen af Palmitinsyre med Kali-Kalk til den Varme, Heintz har anvendt ved sine Undersøgelser over Æthalet, hvoraf ligefrem følger, at, selv om der ikke var dannet Kulsyre ved denne Leilighed, hvilket dog det tidligere ovenomtalte Forsøg taler for, saa vilde allerede Dannelsen af Smørsyren være tilstrækkelig til at forklare, at der i den øvrige Deel af Kolbens Indhold efter Ophedningen fandtes kulstofrigere Syrer end Palmitinsyren. Men heraf følger ligefrem, at Æthalets Sammensætning eller rigtigere Tilværelsen af Stethal, Methal og Lethal endnu ikke er beviist.

Heintz ytrer selv i Anledning af hans Forsøg paa efter Dumas og Stass at omdanne Æthal til Æthalsyre ved Ophedning med Kali-Kalk*), at det er sandsynligt, at ved denne Operation ikke alene frembringes Brint, men ogsaa Kulsyre. Han søger derefter at vise, hvorledes Dannelsen af nogen Kulsyre kan give Anledning til, at der af Palmitinsyre kan dannes den kulfattigere Syre, som han kalder Cetinsyre.

Vel siges der i den seneste Beretning af Heintz**) om Æthalets Omdannelse ved Kali-Kalk, at der kun dannes fede Syrer og udvikles Brint; men paa dette Sted findes i det mindste ingen directe Forsøg anførte til Beviis paa denne Paastand, og idet jeg holder mig til de ovennævnte Forsøg, ifølge hvilke der ved Palmitinsyrens Ophedning med Kali-Kalk blandt Andet dannedes Smørsyre, saa er det let at indsee, at der ligesaavel kan opstaae kulstofrigere som kulstoffattigere Syrer af Æthalet ved dets Ophedning.

Tages saaledes $7(C_{32}H_{31}O_3)$ eller 7 Atomer Palmitinsyre, da indeholdes heri ligesaa mange Atomer som i $6(C_{36}H_{35}O_3) + C_8H_7O_3$ eller i 6 Atomer Stearinsyre og 1 Atom Smørsyre. Naar derfor Heintz gjør den Slutning***): „Wenn nun aus dem Aethal durch Einwirkung von Kali-Kalk eine Säure entsteht, die mehr als 32 Atome Kohlenstoff in einem Aequivalent enthält, so muss auch in dem Aethal ein Körper mit grösserem Kohlen-

*) Annal. d. Physik und Chem. 87 B. Side 291.

**) Monatsber. d. Akad. d. Wissensch. zu Berlin 1854, S. 562—563.

***) Poggendorffs Annal. 87, Side 579.

stoffgehalt, als man dieser Substanz gewöhnlich zuschreibt, enthalten seyn“, saa troer jeg, at denne Slutning er uberettiget.

Idet jeg saaledes ikke antager det for beviist, at der af Hvalrav kan udskilles andre krystallinske, indifferente Stoffer end Æthal og det ved almindelig Varme flydende Döglal, hvilke jeg begge antager for to egne Arter af Alkohol, saa vil jeg herved aldeles ikke benægte Muligheden af, at der i Naturen kan forekomme Forbindelser, hvoraf Stethal, Methal eller Lethal kunne fremstilles; Noget, der er saa meget mere Grund til at formode engang vil skee, som man efterhaanden lærer at kjende flere indifferente Fedtstoffer, som ikke ere Glycerider.

Endnu troer jeg at burde tilføie følgende Erfaringer med Hensyn til Fremstillingen af Æthal.

Æthal, der ikke har været destilleret, tilbageholder næsten altid Spor af Kalk eller Barytsalte, som have været blandede dermed; selv naar jeg har opløst saadant kalk eller barytholdigt Æthal i Æther eller i kogende absolut Alkohol og derefter ved en forsigtig Afkjøling søgt at fjerne de først udskilte Krystaller, har jeg altid fundet, at det senere udskilte Æthal ved at bortbrændes i *ikke altfor smaa* Portioner efterlod Kalk eller Baryt. Af denne Grund har jeg troet at burde foretrække den besværlige Methode at rense Æthalet fra alle iblandede Salte ved at underkaste det en Destillation, og anvendte hertil, som ovenanfört, heller overhedede Vanddampe end aaben Ild.

Med Hensyn til Fremstillingen af Oliesyre eller lignende Syrer, da findes i Reglen Gottliebs Fremstillingsmaade benyttet. Denne gaaer, som bekjendt, blandt Andet ud paa at opløse det oliesure Blylte i Æther, medens stearinsyret Blylte holdes tilbage som uopløst. Hofstädter har ogsaa anvendt denne Fremgangsmaade ved sin Undersøgelse over den flydende Deel af Fedtet i Hovedet af en *Physeter macrocephalus*. Men at palmitinsyret Blylte ingenlunde forbliver uopløst, naar det overgydes med Æther, og navnlig naar det er blandet med større Partier af oliesyret eller döglingsyret Blylte, har jeg hyppigt havt Leilighed til at overbevise mig om.

Jeg kjender ingen anden Methode til at fjerne de krystallisable Syrer fra Oliesyren og Döglingsyren end ved en lignende som den, Heintz har benyttet for at adskille de fede Syrer i Almindelighed. Hofstädters Physetolsyre har jeg stærk Formodning om, kun er en Blanding af flere Syrer.

Döglal.

I det kongl. danske Videnskabernes Selskab tillod jeg mig i Mödet den 14de Juni 1850 at forevise den nye Alkohol, som jeg kalder for Döglal.

I den reneste Tilstand, hvori jeg hidtil har kunnet fremstille det, danner det endnu ved 0° C. en olieagtig, ufarvet Vædske af en fedtet Smag og Lugt, hvilken sidste dog kun bemærkes ved at opvarme det noget. Döglælet er flygtigt, men lader sig vanskeligt overdestillere enten over aaben Ild eller i Metalbad, uden at det lider en om end kun saare ringe Destruction, som röbes ved den brankede Lugt, Destillatet erholder. Destilleret ved Hjælp af overhedede Vanddampe forflygtiges det uden at decomponeres. Men saaledes erholdt er det vanskeligt at faae aldeles vandfrit, uden at det kommer til at indeholde Spor af den Kalk eller Chlorcalcium, som anvendes til at fradrage de sidste Spor af Vand. Ved Henstand over Svovelsyre i Vacuum afvandes det yderst langsomt. Döglælets Vægtfylde ved 14° C. er 0,860.

Döglal er meget let oplöseligt i Viinaand; med absolut Alkohol kan det blandes i ethvert Forhold; med Viinaand til 93° næsten ligeledes, men ved at blandes med smaa Quantiteter af svag Viinaand udskilles en Deel Vand, medens Döglal og den stærkere Viinaand forenes.

Döglal forandres ikke mærkeligt ved i flere Maaneder at henstaae i en aaben Skaal. Gydes det paa Platinsort, iltes det meget langsomt. Ved Tid til anden at veie et Uhrglas med Platinsort, hvorpaa var gydt 0,349 Gram Döglal, bemærkedes en langsom Formindskelse i Vægt; et Stykke blaat Lakmospapir, anbragt i Glasset, efter at Blandingen af Döglal og Platinsort havde henstaaet nogle Dage, blev farvet rödt.

Ved at glöde Döglal, som i længere Tid havde henstaaet over Chlorcalcium, fandtes, at Döglælet havde oplöst Noget af dette Salt, nemlig 2,8 %.

Ved at forbrænde 0,157 Gr. af dette Döglal, erholdtes 0,4545 Gr. Kulsyre og 0,191 Gr. Vand.

Ved at forbrænde 0,2065 Gr. af samme Portion Döglal erholdtes 0,592 Gr. Kulsyre og 0,25 Gr. Vand.

Ved at forbrænde 0,1765 Gr. Döglal, befriet fra Vand ved en lang Henstand over Svovelsyre, erholdtes 0,519 Gr. Kulsyre og 0,219 Gr. Vand.

	1. Anal.	2. Anal.	3. Anal.	Middeltal.
Kulstof	80,73	80,45	80,19	80,45.
Brint	13,88	13,82	13,77	13,82.
Ilt	5,39	5,73	6,04	5,73.

Formlen $C_{38}H_{38}O_2$ fordrer

Kulstof 80,85.

Brint 13,48.

Ilt 5,67.

Ved at forbrænde 0,193 Gram Döglal, rensed ved Destillation over aaben Ild, med chromsyret Blyilte og lidt overchlorsyret Kali erholdtes 0,573 Gram Kulsyre og 0,240 Gram Vand, og ved at forbrænde 0,38 Gram af samme Portion Döglal med Kobberilte og overchlorsyret Kali erholdtes 1,122 Gram Kulsyre og 0,478 Gram Vand. Hertil svarer altsaa

	1. Anal.	2. Anal.	Middeltal.
<i>C</i>	80,95	80,55	80,75.
<i>H</i>	13,85	13,97	13,92.
<i>O</i>	5,20	5,48	5,33.
	100,00	100,00.	

Vanskeligheden ved at faae Döglalet aldeles vandfrit forklarer tilstrækkeligt Forskjellen mellem de fundne og de beregnede Størrelser af Kul og Brint.

Eddikesyret Döglylilte.

Blandt de Midler, jeg har forsøgt for at adskille Döglal og Æthal, er ogsaa Eddikesyre, saavel den vandfrie som Hydratet med 1 Atom Vand. Begge Syrer opløse Döglalet med Lethed, og de erholdte Opløsninger forblive flydende ikke alene ved almindelig Varme, men endog ved -8° C. Æthal opløses ligeledes af ovennævnte Syrer, men danner dermed en Forbindelse, som krystalliserer ved almindelig Varme.

Ved disse Forsøg bemærkede jeg snart, at naar man forsøgte at destillere den vandfrie Eddikesyre fra det deri opløste Döglal, da dannedes en Forbindelse, som var meget tungt opløselig i Viinaand og i Vand, og som, kogt med en viinaandig Kaliopløsning, gav eddikesyret Kali; ophedet til Kogning, for at destilleres over, blev den destrueret og leverede en stor Deel Eddikesyre.

Da det heraf syntes at fremgaae, at ved Kogning af vandfri Eddikesyre med Döglal bliver dannet eddikesyret Döglylilte, saa blev 20 Grammer Döglal og 3,62 Gram vandfri Eddikesyre eller een Æquivalent af hver i nogle Timer holdt svagt kogende i et Glasrør, som var sat i Forbindelse med et Svaleapparat, saaledes at Eddikesyren herved forhindredes i at fordampe. Efter Kogningen lod man Apparatet henstaae Natten over. Næste Morgen blev Rørets Indhold rystet gjentagne Gange med Vand for at bortskaffe ethvert Spor af fri Eddikesyre. Det saaledes erholdte neutrale Præparat blev decomponeret, da

jeg forsøgte at destillere det; det var derfor ikke muligt at bestemme dets Kogepunkt. Det eddikesure Dögylilte er tungt opløseligt i kold Viinaand; dets Vægtfylde ved 16° C. er 0,860. Udtørret ved Chlorcalcium og derpaa forbrændt med Kobberilte og overchlorsyret Kali gav 0,1855 Gram eddikesyret Dögylilte 0,53 Gram Kulsyre og 0,211 Gram Vand.

Ved en anden Analyse erholdtes af 0,155 Gr. eddikesyret Dögylilte 0,442 Gr. Kulsyre og 0,176 Gr. Vand. Herefter bestod denne Ætherart af:

	1. Anal.	2. Anal.	Middeltal.
C	77,92	77,75	77,83.
H	12,69	12,60	12,64.
O	9,39	9,65	9,53.

Formlen $C_{38}H_{37}O + C_4H_3O_3$ fordrer

C 77,68.

H 12,33.

O 9,99.

Chlordögyl.

Til 90 Gr. Döglal blev efterhaanden tilsat 90 Gr. Phosphorchlorid. Tilsætningen varede flere Timer; i Begyndelsen udvikledes ved Stoffernes Vexelvirkning megen Varme, og Vædsken skummede under Luftudvikling meget stærkt. Senere, da Phosphorchloridet blev liggende uden Virkning, opvarmedes Retorten. Da Retorten, hvori Blandingen var foretagen, bragtes i et Oliebad og ophededes til 180° C., overdestilleredes foruden Saltsyren en Deel Phosphorchlorure og Phosphoriltechlorure. Senere forøgedes Varmen til 240° C.; men ved denne Varme overdestilleredes kun nogle faa Draaber; først ved at anvende en stærkere Varme erholdtes en større Mængde Destillat. Dette blev derpaa omdestilleret med en ny Portion Phosphorchlorid, og efterat det først overdestillerede Phosphorchlorure var samlet for sig, blev Resten af Destillatet rystet med sin 10-dobbelte Vægt Vand. Her ved udskiltes Chlordögyl som en let flydende lysegul Vædske, mindre vægtfuld end Vand, ved 20° C. 0,8895, af en eiendommelig Tranlugt. Kun ved en meget ofte gjentagen Udkogning med Vand lykkedes det at fjerne al Chlorbrinte. Ved at underkastes en Destillation, selv ved en meget forsigtig Ophedning, synes Chlordögyl at lide en Decomposition. I det mindste vilde det ikke lykkes for mig paa denne Maade at faae et neutralt Destillat; dette skete derimod, da Destillationen foretoges ved Hjælp af overhedede Vanddampe.

Ved at forbrænde 0,1695 Gram Chlordögyl med Kalk etc. erholdtes 0,083 Gram Chlorsölv, som svarer til 12,03% Chlor. 0,154 Gram Chlordögyl, forbrændt med chrom-

syret Blyilte og chlorsyret Kali, gav 0,428 Gram Kulsyre og 0,173 Gram Vand. Herefter skulde Chlordögyl altsaa indeholde

C 75,80

H 12,41

Cl 12,03

medens den theoretiske Formel $C_{38}H_{37}Cl_2$ fordrer

C 75,88

H 12,31

Cl 11,81.

Overmaalet af Chlor og Brint tilskriver jeg en mangelfuld Rensning af Præparatet. Den Omstændighed, at Præparatet hverken kan bringes til at krystallisere med Lethed eller taaler at underkastes nogen ligefrem Omdestillation, besværliggjør Rensningen overmaade meget.

Joddögyl.

Endnu vanskeligere end Fremstillingen af Chlordögyl falder Fremstillingen af Joddögyl. Da Fridau havde erholdt et gunstigt Resultat ved Fremstillingen af Jodcetyl paa den af ham i „Ann. der Chemie und Pharm.“ B. 84, Side 10 beskrevne Methode, forsögte jeg at fremstille Joddögyl paa en lignende Maade.

Nogle Grammer Döglal opvarmedes med Phosphor i en Kolbe, som var anbragt i et Oliebad, til 120° C. Herved oplöstes noget Phosphor; efter at Oplösningen var afkjölet lidt, tilsattes noget Jod. Den herved fremkomne brune Farve forsvandt efter kort Tid, og derpaa tilsattes efterhaanden mere Jod, alt under en stadig Omrystning og Ophedning til 120—130° C. Senere tilsattes vexelviis Phosphor og Jod; da hele Vædsken efterhaanden blev uklar, og der ved Afkjöling udskiltes en stor Deel af den röde Forbindelse af Phosphor og Jod, saa blev Ophedningen standset, og da Kolbens Indhold var afkjölet, blev det urene tyktflydende Joddögyl gydt fra det udskilte Jodphosphor. Det saaledes erholdte Joddögyl blev flere Gange behandlet med koldt Vand og derpaa gjentagne Gange kogt med varmt Vand; herved dannedes en hvid geleeagtig Masse, som oplöstes i kogende Viinaand. Ved Afkjöling udskiltes Joddögyl, men endnu stedse ureent, og hverken ved gjentagne Opløsninger i Viinaand eller ved vedholdende Kogning eller Digerering med Vand og Qviksölv var det mig muligt at erholde noget neutralt Legeme.

Under disse Omstændigheder fandt jeg det unyttigt at foretage nogen elementair Analyse af dette Legeme.

Svoveldögyl.

For at danne Svoveldögyl kogtes 10 Gr. Chlordögyl med en viinaandig Oplösning af enkelt Svovelkalium i 10 Timer under Erstatning af den fordampede Viinaand.

Herved fremkom et i Viinaand meget tungt opløseligt, i Vand uopløseligt Stof af en gul Farve og ved 17° C. af en smøragtig Fasthed. Det smeltede omtrent ved 24° C., men kunde ofte henstaae længe ved en Varme af 15 til 17° C., uden at der dannedes de smaa krystallinske Blade, som dog dannes temmelig hurtigt, naar Svoveldögyl i ganske tynde Glarör bringes i en Temperatur nogle Grader ned under dets Smeltepunkt. Vægtfylden ved 16° C. fandtes at være 0,875.

Ved at forbrænde 0,27 Gram Svoveldögyl med chlorsyret Kali, Kobberilte og kulsyret Natron og fælde den, ved Kongevand beholdte, Opløsning af Rørets Indhold med Chlorbarium beholdtes 0,015 Gram svovelsyret Baryt, som svarer til 5,5 % Svovel.

Formlen $C_{38}H_{37}S$ fordrer 5,4 % Svovel.

Svoveldögylsyret Kali.

26 Grammer Döglal og 11 Grammer SO_3HO bleve blandede sammen. Blandingen antog under en Varmeudvikling, som steg til 76° C., en klar bruun Farve. For yderligere at understøtte Svovelsyrens Indvirkning blev Blandingen i nogen Tid anbragt i et Vandbad. Herved bemærkedes Udvikling af nogen Svovlsyring. Den følgende Morgen opløstes den næsten faste Masse i kold Viinaand til 93° Tr., og hertil blev gydt en viinaandig Kaliopløsning, indtil en fuldstændig Mætning af de tilstedeværende Syrer var opnaet. En Deel svovelsyret Kali udskiltes herved; dette blev frafiltreret. Ved Afkjøling af den filtrerede Vædske beholdtes en hvidgul, krystallinsk Masse, som for største Delen lod sig opløse i kogende absolut Alkohol, og som ved Alkoholens Afkjøling udskiltes i smaa skjælformige Blade. Disse vare opløselige i kogende Vand, men ved Afkjøling blev Opløsningen melket. Ved Krystallernes Opløsning i svag Viinaand under Tilsætning af Saltsyre og en Opløsning af Chlorbarium beholdtes intet Bundfald af svovelsyret Baryt.

Ved at gløde 0,4335 Gram af dette Salt, med fornöden Omsorg for at bortskaffe al fri Svovelsyre, beholdtes 0,0935 Gram svovelsyret Kali.

Ved at gløde 0,629 Gram Salt paa lignende Maade beholdtes 0,137 Gram svovelsyret Kali.

Efter den første Analyse fandtes altsaa 21,54 %, og efter den anden Analyse 21,75 % svovelsyret Kali; heraf er Middeltallet 21,654, medens der efter den beregnede Formel skulde være fundet 21,77 %.

Oxalsyret Dögylilte.

Til en Blanding af 22 Gr. Döglal og 8 Gr. henfalden Oxalsyre blev ledet Saltsyreluft af 200 Gr. Kogsalt. Vædsken antog temmelig hurtigt en bruun Farve og efterlod noget

Oxalsyre uopløst. Ved Kogning med Vand for at bortskaffe al fri Oxalsyre og ved Rystning med Viinaand til 84° Tr., hvori alt frit Döglal maatte opløses, søgte jeg foreløbig at rense det oxalsure Döglylilte. Efter derpaa at være udkogt anden Gang med Vand blev det destilleret ved overhede Vanddampe. Det saaledes erhvoldte Destillat blev befriet fra det sidste Spor af Vand ved Henstand over Chlorcalcium.

Saaledes tilberedt dannede det oxalsure Döglylilte en svag guulfarvet Vædske, hvis Vægtfylde ved 16° C. er 0,898.

Ved at forbrænde 0,312 Gr. oxalsyret Döglylilte med chromsyret Blyilte og chloroversyret Kali, erhvoldtes 0,883 Gr. Kulsyre og 0,353 Gr. Vand.

0,242 Gr. oxalsyret Döglylilte gav 0,691 Gr. Kulsyre og 0,28 Gr. Vand.

Disse Størrelser svare til

	1. Anal.	2. Anal.	Middeltal.
C	77,19	77,85	77,52.
H	12,53	12,88	12,70.
O	10,28	9,27	9,78.

Formlen $C_{38}H_{37}O + C_2O_3$ fordrer

C	77,42.
H	12,26.
O	10,32.

Benzoesyret Döglylilte.

Önsket om at fremstille en eller anden Forbindelse af Döglal, som var krystallabel ved almindelig Temperatur, bragte mig til at fremstille benzoesyret Döglylilte, som jeg tænkte mig muligen vilde antage en fast, krystallinsk Form ved almindelig Varme.

I den Hensigt blev 15 Gr. Döglal og 7,5 Gr. Benzoesyre sammensmeltet, og hertil lededes i nogle Timer en Ström af Saltsyreluft. Den herved dannede Æther var flydende ved 15° C., da al overflödige Benzoesyre var frafiltreret.

Den urene, noget farvede Æther blev rensed ved Udkogning med Vand, saalænge til den ikke længer gjorde Vandet suurt; derefter blev den rystet med Viinaand til 84° Tr., hvori den Rest af uforandret Döglal, som muligen kunde være tilstede, maatte opløses. Det herefter paany med Vand udkogte benzoensure Döglylilte var endnu af en mørk Farve og filtreredes derfor gjennem Beenkul, og den herved noget affarvede Vædske, som endnu besad en guul, i det Bruunlige gaaende Farve, blev derpaa befriet fra alt vedhængende Vand ved Chlorcalcium.

En anden Portion benzoesyret Döglylilte forsögte jeg at rense paa den Maade, at det gjentagne Ganga blev opløst i kogende Viinaand, hvoraf det ved Afkjöling for største

Delen udskiltes, medens de fremmede Dele forbleve opløste. For at bortskaffe al Viinaand kogtes Ætheren derpaa med Vand, og senere blev den atter ved Chlorcalcium befriet fra Vand. Den bedste Maade til at rense denne Æther, som ikke kan destilleres over aaben Ild eller i Metalbad uden at lide en deelviis Decomposition, bestaaer imidlertid i at destillere den ved overhedede Vanddampe; allerede ved at lede Vanddampe til 100° C., medens Ætheren i et Oliebad opvarmes til 150° C., rives en Deel af Ætheren ufarvet over. Ved 16° C. er dens Vægtfylde 0,909.

Ved at forbrænde 0,2845 Gram benzoesyret Döglylilte erholdtes 0,837 Gram Kulsyre og 0,306 Gram Vand.

Ved at forbrænde 0,293 Gram benzoesyret Döglylilte erholdtes 0,863 Gram Kulsyre og 0,308 Gram Vand. Ifølge heraf gav altsaa

	1. Anal.	2. Anal.	Middeltal.
C	80,57	80,36	80,46.
H	11,55	11,55	11,55.
O	7,88	8,09	7,99.

Formlen $C_{38}H_{37}O + C_{14}H_5O_3$ fordrer

C 80,80.

H 11,11.

O 8,09.

Benzoezyret Cetylilte.

For at fremstille denne Æther blev 30 Grammer Æthal smeltet med 15 Gr. Benzoesyre, og igjennem denne Blanding lededes Chlorbrinteluft omtrent en halv Time. Derefter udkogtes Produktet nogle Gange med Vand, før det blev afkjølet til Krystallisation. Herved udkrystalliserede en Deel Benzoesyre paa Karrets Bund, ligesom den ovenstaaende Masse indeholdt en Deel uforandret Æthal. For at bortskaffe saavel Æthalet som Resten af den ubundne Benzoesyre opløstes det urene benzoesyre Cetylilte gjentagne Gange i kogende Viinaand (85° Tr.). Ved at afkjøle disse Opløsninger noget, udskiltes en flydende Forbindelse af Viinaand og benzoesyret Cetylilte, medens Æthal og Benzoesyre, som holdtes opløst i den øvrige Deel Viinaand, blev fraskilt.

For at fraskille al Viinaand blev det benzoesyre Cetylilte gjentagne Gange kogt med Vand. Den efter Afkjøling erholdte faste Æther smeltede ved 35° C. og reagerede aldeles neutralt. Forbrændt med chromsyret Blyilte erholdtes af 0,217 Grammer Æther 0,634 Grammer Kulsyre; Vandmængden gik tabt.

Af 0,13 Grammer Æther erholdtes 0,3805 Gr. Kulsyre og 0,148 Gr. Vand.

	1. Anal.	2. Anal.	Middeltal.
<i>C</i>	79,65	79,62	79,635.
<i>H</i>		11,30	11,30.
<i>O</i>		9,08	9,065.

Formlen $C_{32}H_{31}O + C_{14}H_5O_3$ fordrer

<i>C</i>	79,77.
<i>H</i>	10,98.
<i>O</i>	9,25.

Oxalsyret Cetylilte.

For at fremstille denne Æther blev 90 Grammer Æthal og 30 Gr. henfalden Oxalsyre opvarmet i et Vandbad under Tilledning af den Chlorbrinte, som beholdtes af 200 Gr. Kogsalt. Oxalsyren anvendtes i et saa stort Overskud for derved at opnaae en fuldstændig Optagelse af al Æthal. Det beholdte Produkt var meget farvet og vedblev at reagere suurt efter gjentagne Gange at være udkogt med Vand og Viinaand. Det blev derpaa digereret med noget slemmet Blyilte, og efter nogle Dage opløstes det neutrale oxalsure Cetylilte i en Blanding af Æther og Viinaand. Ved Filtrering fjernedes alt det overflødige Blyilte, ligesom det dannede oxalsure Blyilte. Ved Afkjøling af den varme ætheriske Opløsning udkrystalliserede det oxalsure Cetylilte i smukke skjælførmige Blade.

Af 0,25 Grammer oxalsyret Cetylilte, forbrændt med chromsyret Blyilte og lidt overchlorsyret Kali, beholdtes 0,6975 Gr. Kulsyre og 0,282 Gr. Vand.

I et andet Forsøg beholdtes af 0,2365 Gr. oxalsyret Cetylilte 0,6585 Gr. Kulsyre og 0,263 Gr. Vand.

	1. Anal.	2. Anal.	Middeltal.
<i>C</i>	76,10	75,96	76,03.
<i>H</i>	12,50	12,32	12,41.
<i>O</i>	11,40	11,72	11,56.

Formlen $C_{32}H_{31}O + C_2O_3$ fordrer

<i>C</i>	76,01.
<i>H</i>	12,20.
<i>O</i>	11,79.
