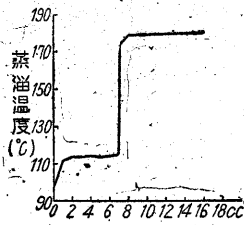


実験ノート

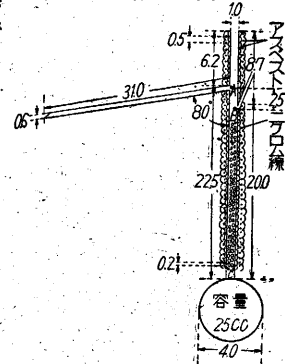
小型精溜装置と圓錐底型 四ツ口・フラスコ

I. 比較的多量でない、例えば 20 cc 附邊の液體を精密分溜しようと思ふときは次のような精溜装置が簡單でよい。この装置では 4 cc ほどの釜残はさげられないが例えば純ピリジン (bp. 114~115°C 未補正) 10cc と純フェノール (bp. 180°C, 未補正) 10 cc を混合して 1 時間煮沸した時に生ずる混合物の蒸溜特性は第 1 圖の通りで 3.0cc のピリジンが共沸化合物をつくることを知ることができたし遊離ピリジン 7 cc はあざやかに分離收得することができた。

装置としては第 2 圖のようなガラス製枝付フラスコにアスベストひも(細手)ニクロム線、アスベストひも(細手)の順で



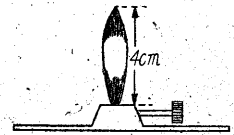
第 1 圖



第 2 圖

内側から巻く、ニクロム線は 100 W のものを上部は粗に、下部に従て密(最上部間隔 5 mm, 最部下間隔 2 mm)に巻く。B 部にななめに側管を設け、主管、側管それぞれに特殊細型温度計(径 3mm, 長さ 20 cm 位, 0~250°C, 1° 目盛, 市販入手)を挿入し、それぞれ A, B 點にその水銀球がくるようにする。フラスコの球狀部に近い C には「くびれ」を設け、充填ガラス球 (d=3 mm) が落ちないようにする。B の温度計の水銀球にふれない程度のところから C までガラス球を充填する。

ニクロム線に通電し、變壓器およびスライド抵抗を用いて A~B の温度差が常に 1.5~2.0°C になるように調節する。加熱は第 3 圖のようなマイクロバーナーで G.S. 式バーナーを裸にしたものでアスベスト金銅を通してフラスコ



第 3 圖

底部を加熱する。焰の高さ最高 4 cm, 太さ最大 0.5 cm, 焰頂と金銅間を 1 cm とした。滴下口 D は約 45°C に切り、なお圖のように引出して溜滴をできるだけ小さくした。バーナーおよびフラスコ部は風から遮蔽する。この場合、冷却器は特に具備しないで、溜出側管で充分であった。流出速度は 1 分間 1 滴を嚴守する。

II. H. E. Ungard が考案した圓錐底型のゲニアール・フラスコ(化學の領域, 6 月號, 63) は三ツ口であるが有機合成には四ツ口がさらに便利であり、われわれのところでは戦後すぐに考案して「ながる式フラスコ」とよんでいた。少量の場合絶対に便利である。

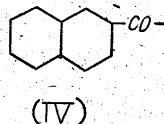
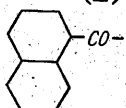
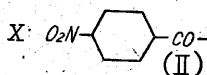
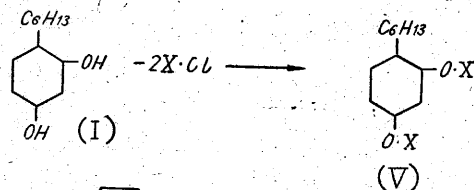
(永井芳男・青山正壯)

速報 30

ヘキシル・レゾルシンの 二、三の新エステル

永井芳男・田邊正士・黒川昭壽

合成蛔虫驅除劑は P. D. Lamson¹⁾ の研究以後、現在までに種々な化合物が試作されたが結局著名なヘキシル・レゾルジン (I) が最良とされている。しかし、その 2 個の遊離ヒドロキシル基により消化器粘膜炎を害するため、経口使用ははなはだ困難を伴い現在ばもつばらカプセル等が使用されている。従て、I の無刺戟



性化の努力として従来、I のエーテル類、エステル類又は鹽基との分子化合物等が試作され、又鹽素化合物も合成された。ここには I とそれぞれ *p*-ニトロ鹽化ベンゾイル (II-Cl), α -鹽化ナフトイル (III-Cl) ならびに β -鹽化ナフトイル (IV-Cl) とを Schotten-Baumann 法により 3 種のヂエステル (V, X=II, III, IV) を合成したことについて述べる。いずれも新化合物である。

I はエーテルより 3 回再結晶を繰返して極めて純粹とした白色微針狀結晶で m.p. 66~67°C のものを用いた。

a) ヘキシル・レゾルシン-*p*-ニトロベンゾエート (V, X=II) 50 cc 三ツ口・フラスコに I, 2.0 g を苛性ソーダ水溶液 (10%) 10.4 g に溶解し、これに II-Cl (m.p. 72.5~73.5°C) 4.8 g をエーテル 32 cc に溶解した溶液を一時に加え、室温で 2 時間急激に氣密攪拌する。エーテル溶液を加えるとなだちに温度が上昇し約 5 分間で最高 31°C となり、攪拌をつづけるうち、次第に下降して室温 (20°C) となる。I の苛性ソーダ溶液の橙色は消失し、エーテル溶液は黄色となり白色沈澱が生成する。

反應後生成物を濾別し、最初 10% 苛性ソーダ水溶液で洗滌し次で水で中性まで洗滌、60°C で乾燥する。