

197. Jul. Thomsen: Darstellung und Eigenschaften des Chloralhydrats.

(Mittheilung aus dem Universitäts-Laboratorium zu Kopenhagen.)

Die Darstellung des Chloralhydrats aus dem Chloral ist zeitraubend und nicht sehr ergiebig. Zweckmässiger geschieht die Darstellung folgendermaassen:

Auf bekannte Weise zersetzt man völlig wasserfreien Alkohol mit trockenem Chlor, indem man, nachdem die erste kräftigere Reaction beendet ist, die fernere Einwirkung durch Wärme unterstützt. Am zweckmässigsten ist es, den Alkohol in einem Kolben mit aufsteigendem Kühlrohr anzubringen. Die Reaction ist beendet, wenn die Flüssigkeit sich gelb färbt und das Chlor nicht mehr absorbiert wird. Man unterbricht dann den Chlorstrom und lässt die Flüssigkeit längere Zeit im Apparate sieden, um den grössten Theil des gebildeten Chlorwasserstoffs auszutreiben. Die Flüssigkeit wird alsdann mit kohlensaurem Kalk gesättigt, bis eine in Wasser gelöste Probe nicht mehr sauer reagirt. Die neutralisirte Flüssigkeit wird in eine Retorte gebracht, mit etwas Chlorcalcium versetzt und dann einer fractionirten Destillation unterworfen, indem man das Destillat, das gewaschen bei 110° bis 115° übergeht, für sich aufhebt. Der mehr flüchtige Theil wird wieder in die Retorte gebracht und nochmals rectificirt. Das Destillat ist Chloralhydrat mit einem kleinen Ueberschuss von Wasser, welches aber durch nochmalige Destillation über Chlorcalcium beseitigt wird.

Der Siedepunkt des Chloralhydrats ist 115° bei 755^{mm} Druck. Lässt man das geschmolzene Chloralhydrat sich abkühlen, so fängt die Krystallisation bei etwa 35° an; es steigt aber dann bald die Temperatur bis auf $40^{\circ},2$, auf welchem Punkt sie constant wird, bis die ganze Masse erstarrt ist. Der Erstarrungspunkt des Chloralhydrats ist demnach $40^{\circ},2$. Durch Gegenwart von Wasser fällt der Erstarrungspunkt ziemlich rasch; bei 114° destillirendes, etwas Wasser enthaltendes Chloralhydrat erstarrt bei 38° , und ein bei 112° destillirtes Product erstarrt erst bei 34° .

Wenn man, bevor die Krystallisation beendet ist, den noch flüssigen Theil aus dem Gefässe herausgiesst, erhält man dieses gefüllt mit zolllangen Nadeln von reinem Chloralhydrat.

Die Ausbeute nach dieser Methode ist 135—140 Proc. vom Gewichte des Alkohols und der Verbrauch an Chlor das 4—5fache des Alkohols.

October 1869.