

Durch die Mittheilungen der HHrn. Hofmann und Sand veranlasst, habe ich diese Arbeiten schon jetzt veröffentlicht. Ich möchte nicht schliessen, ohne die Hoffnung auszusprechen, dass die citirten Verfasser ihre interessanten Publicationen durch Angabe von Details vervollständigen werden, welche eine Untersuchung der Differenzen zwischen den Resultaten ihrer Versuche und den hier mitgetheilten Thatsachen ermöglichen.

Kopenhagen, 24. Mai 1900. Chem. Laboratorium der polytechnischen Lehranstalt.

260. C. N. Riiber: Ein neuer Sublimationsapparat.

(Vorgetragen in der Sitzung von Hrn. C. Liebermann.)

Es giebt kaum eine Methode zur Reindarstellung chemischer Substanzen, die in ihrem Princip so elegant wäre, wie die Sublimation. Ohne Verwendung eines Lösungsmittels und daher ohne Verlust erhält man den gewünschten Stoff trocken und krystallisirt, sowie von unsublimirbaren Substanzen getrennt. Von grossem Werthe wird sie wesentlich da, wo die übergrosse Schwerlöslichkeit der Substanz oder ihr über der Zersetzungstemperatur liegender Siedepunkt andere Methoden fast ausschliessen, z. B. beim Indigo, den höheren Oxyantrachinonen usw. Aber gerade die Sublimation entspricht in der Praxis nur sehr selten dem eben geschilderten Ideal, da sie oft von tiefgehender Zerstörung der Substanz begleitet und dann nur unter grossen Verlusten ausführbar ist. Es ist klar, dass hieran die hohe Temperatur Schuld trägt, und man durch Herabsetzung der Sublimationstemperatur durch Druckverminderung die Uebelstände zum Theil muss vermindern können. Nun haben zwar für die Destillation und auch Sublimation bei vermindertem Druck Fr. Krafft¹⁾ und Dyes eine vortreffliche Methode angegeben, welche im erreichbar vollkommensten Vacuum des Kathodenlichts arbeitet und Ausgezeichnetes leistet. Aber der Apparat von Krafft ist immerhin recht kostspielig, complicirt, empfindlich und hauptsächlich nur da anwendbar, wo man ihn dauernd benutzt. Ich habe mich daher bemüht, einen möglichst einfachen Apparat zu construiren, der zwar nicht gerade dasselbe wie der von Krafft zu erreichen beansprucht, sich aber für die Zwecke des Laboratoriums bei der Sublimation vortrefflich bewährt hat und daher hier beschrieben werden soll.

¹⁾ Diese Berichte 28, 2583; 29, 1316, 2240.

Zur Herstellung des Vacuums verlangt mein Apparat nur eine gewöhnliche Wasserstrahlpumpe und als Erhitzungsbad bedient man sich am zweckmässigsten des vortrefflichen Lothar Meyer'schen¹⁾ Luftbades (Fig. 1) oder einfacher und mit gleichfalls sehr gutem Erfolg einer eisernen Schale (Fig. 2), die oben mit einer Asbestplatte bedeckt ist, durch welche der eigentliche Sublimationsapparat und ein

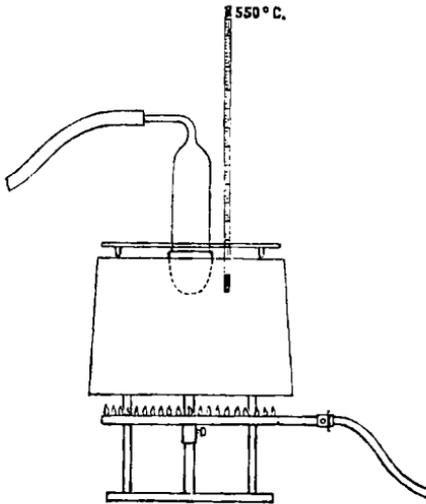


Fig. 1.

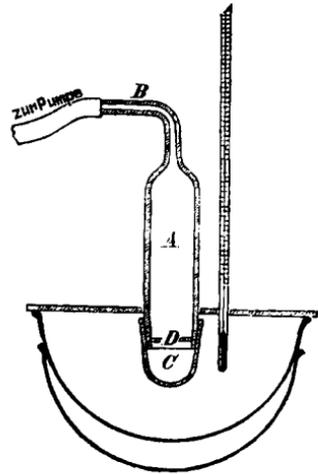


Fig. 2.

Thermometer geführt werden, und die unten des gleichmässigen Erhitzens wegen von einer zweiten eisernen Schale umgeben ist, sodass zwischen beiden ein Luftraum bleibt. Letztere Schale wird mit einem gewöhnlichen Bunsen-Brenner erhitzt. Der eigentliche, ganz aus Glas gefertigte Sublimationsapparat (siehe Fig. 2) besteht aus einem verticalen Glascylinder *A*, welcher oben durch das Rohr *B* mit einer Wasserstrahlpumpe in Verbindung steht, und unten mittels eines angeschliffenen gläsernen Töpfchens *C* verschlossen werden kann. Behufs Sublimation füllt man die Substanz in das Töpfchen, legt eine Asbestplatte *D* in den unteren Theil des Cylinders *A* lose ein, verschliesst den Cylinder mittels des Töpfchens, bringt das Ganze in das oben beschriebene Luftbad und setzt die Pumpe in Thätigkeit.

Steigert man nun allmählich die Hitze des Luftbades, so entwickeln sich bei einer bestimmten Temperatur Dämpfe, die in dem kälteren Cylinder *A* sich zu Krystallen verdichten.

Ein Kunstgriff, der darin besteht, dass der Schliff des Töpfchens an den Cylinder nicht ganz dicht gemacht ist, befördert die Subli-

¹⁾ Diese Berichte 16, 1087: 22, 879.

mation, indem durch den Schlift eine kleine Menge heisser, stark verdünnter Luft dauernd über die Substanz gesaugt wird, sich mit den Dämpfen derselben sättigt und die Substanz wieder in den kälteren Theilen des Apparats abgiebt, wodurch die Sublimation ermöglicht wird, auch wenn die Spannung der Dämpfe des benutzten-Stoffes weit unter dem angewandten Druck liegt.

Der oben beschriebene Sublimationsapparat hat sich sehr gut bewährt; so gelingt nicht nur mit Leichtigkeit die Sublimation solcher Substanzen, wie Indigo, Monobrom- und Dibrom-Chinizarin (s. u.) usw., die bei den gewöhnlichen Sublimationsverfahren sich nur schwer und unter grossen Verlusten sublimiren lassen, sondern auch die Trennung zweier Substanzen von verschiedener Flüchtigkeit, indem man die Temperatur so wählt, dass schon die Eine, dagegen noch nicht die Andere sublimirt, was sich in dem Glasapparat sehr gut sehen lässt. Ferner lässt sich die Sublimationstemperatur gut bestimmen. Bei geeigneter Anordnung kann man nicht allein die Farbe der Dämpfe, sondern auch spectroscopisch deren Absorption untersuchen.

Auch kann man durch Wägen des ganzen Apparates und des unteren Töpfchens vor und nach der Sublimation die weggeführten flüchtigen Producte, den unsublimirbaren Rückstand und die sublimirte Menge bestimmen.

Der Apparat hat sich auch zum Trocknen und zum Bestimmen von Krystallisations-Wasser-, -Alkohol-, -Benzol-, -Schwefelkohlenstoff und -Brom (s. u.) gut bewährt. Sollte die oxydirende Wirkung des Luftstroms die Anwendung eines indifferenten Gases wünschenswerth machen, so lässt sich das durch eine kleine Aenderung leicht erreichen. Der von mir am meisten benutzte Sublimationsapparat hat einen inneren Durchmesser von 25 mm, wiegt ca. 80 g und genügt für 1—4 g Substanz; mit einem grösseren Apparat von ca. 60 mm Weite wurden 13 g Indigo in 3 Stunden sublimirt¹⁾.

Organisches Laboratorium der technischen Hochschule zu Berlin.

¹⁾ Der beschriebene Sublimationsapparat wird von den Firmen Max Stuhl, Philippstr. 22, Berlin, und E. Gerhardt, Bonn, das Lothar Meyer'sche Luftbad von der Firma C. Bühler in Tübingen geliefert.