

Das Bisphenylbutadiën entfärbt Brom in Schwefelkohlenstofflösung, und wird von Kaliumpermanganat angegriffen, enthält also zum mindesten noch eine doppelte Bindung.

Ob auch diese Verbindung noch mit Doebner's entsprechendem »Diphenylcyklooktadiën« isomer oder identisch ist, lässt sich trotz anscheinend nicht unerheblicher Differenzen im Siedepunkt und im spec. Gewicht heute noch nicht wohl entscheiden, da bei der noch mangelhaften Kenntniss beider Substanzen kleine Fehler in diesen Bestimmungen beiderseits nicht ausgeschlossen sind.

451. O. Stephani und Th. Böcker: Ein neuer Extractionsapparat.

[Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium der Universität Göttingen.]

(Eingegangen am 27. Juni 1902.)

Bei unseren Arbeiten im hiesigen Laboratorium kamen wir öfter in die Lage, in Wasser sehr lösliche Verbindungen durch Ausschütteln mit Chloroform aus starken Laugen oder hoch concentrirten Salzlösungen herausarbeiten zu müssen. Häufig entstanden dabei alle möglichen Schwierigkeiten, wie schwer trennbare Emulsionen, oder es krystallisirten Salze aus und anderes mehr; kurz es traten so viel Unannehmlichkeiten ein, dass in uns der Wunsch wach wurde, einen Extractionsapparat zu besitzen, der nicht allein ein reinlicheres, sondern auch schnelleres und ausgiebigeres Arbeiten erlaubt.

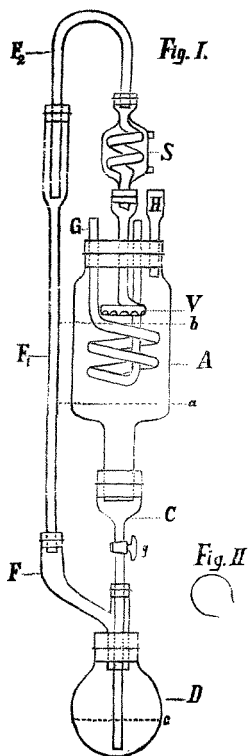
Wir liessen dann nach unseren Angaben beistehend abgebildeten Apparat herstellen und folgen gern der uns gegebenen Anregung, denselben weiteren Kreisen zugänglich zu machen, nachdem wir ihn im Laboratorium ausgiebig erprobt haben.

Derselbe ist, wie aus der Figur leicht ersichtlich, an einem Stativ angeordnet und kann ferner, je nach Wahl des Gefässes A, für alle Substanz-Mengen eingerichtet werden, ohne dass die Wirkung dadurch beeinträchtigt würde.

Im Princip ist das Ganze ein Scheidetrichter, an und in den die einzelnen Theile angeordnet sind.

Der Apparat kann zweierlei Verwendung finden:

1. bei der Extraction von Flüssigkeiten mit specifisch-schwereren Extractionsmitteln;
2. bei der Extraction von festen Körpern mit jedem beliebigen Extractionsmittel.



Tritt der erste Fall ein, so wird bei geschlossenem Hahn g durch den Einfülltrichter H bis zum Niveau a Extraktionsmittel eingefüllt und darüber bis b die zu extrahirende Substanz geschichtet. Das Siedegefäß D ist mit dem Extraktionsmittel ungefähr bis zur Höhe c gefüllt. Wird nun Letzteres zum Sieden erhitzt, so gehen die Dämpfe durch F, F_1 und F_2 in den Kühler S , wo sie verdichtet durch den Vertheiler V (dessen Querschnitt Fig. II zeigt) vertheilt werden.

Es erübrigt nur noch, um eine continuirliche Extraction zu erzielen, den Hahn g so einzustellen, dass sich Zu- und Ablauf gleich bleiben, was leicht erreichbar ist. In den engen Hals von A kann ein wenig Glaswolle eingesetzt werden, die eventuell entstehende Emulsionen sofort beseitigt. Die Kühlschlange G dient dazu, die zu extrahirende Substanz vor einer Erwärmung durch das Extraktionsmittel zu bewahren und gleichzeitig einen Verlust des Letzteren zu vermeiden.

Wird der Apparat zur Extraction fester Substanzen benutzt, so wird die Kühlschlange G entfernt und der betreffende Körper bis b geschichtet und darauf, um eine gleichmässige Vertheilung des Lösungsmittels zu erzielen, einige Lagen Filtrirpapier ausgebreitet. Hierbei ist das Einsetzen der Glaswolle in den engen Hals von A unerlässlich, um das Mitreissen fester Partikelchen zu verhüten. Es steht nun frei, die Extraction so vorzunehmen, dass die Substanz vollständig im Extraktionsmittel schwimmt oder dass dieses dieselbe nur durchrieselt.

Im ersten Falle ist der Hahn so zu stellen, dass, nachdem die Substanz vollständig benetzt ist, sich wieder die Mengen der zu- und ablaufenden Flüssigkeit gleich bleiben, oder man lässt im zweiten Falle den Hahn g ganz geöffnet¹⁾.

¹⁾ Sollen Extraktionsmittel angewendet werden, die von Kork leicht durchgelassen werden, so kann dadurch eine Abänderung getroffen werden, dass statt des Hahnrohres c einfach ein Durchlasshahn (eventuell mit oben angeblasener Kugel) in den engen Hals von A eingesetzt wird und zwar so,

Tritt der Fall ein, dass schwer siedende und sich leicht verdichtende Mittel zur Extraction angewendet werden sollen, so kann über F_1 ein Küblermantel geschoben werden, durch den dann zwecks Erwärmung Wasserdämpfe geleitet werden.

Die einzelnen Dichtungen sind durch guten Kork hergestellt, da sie einestheils, wenn unbrauchbar geworden, leicht ersetzt werden können, andererseits aber auch bequem die Erneuerung schadhafte gewordener Glasteile gestatten. Die Verwendung von Schliffverschlüssen statt der Korke ist selbstverständlich auch möglich.

Ein weiterer Vortheil des Apparates ist der, dass er jeder Zeit erlaubt, das Extractionsmittel vollständig abzulassen und neues zuzufügen, ohne die zu extrahirende Substanz daraus zu entfernen.

Die Anfertigung und den Alleinverkauf haben wir der Firma C. Desaga in Heidelberg übertragen¹⁾.

452. Richard Willstätter: Ueber Betaïnchloraurat.

[Mitth. aus d. chem. Laborat. d. Kgl. Akad. d. Wissenschaften zu München.]

(Eingegangen am 16. Juli 1902).

Zwischen den Beobachtungen über das Betaïngoldsalz, welche von Hrn. E. Fischer²⁾ und andererseits von Hrn. L. Brieger³⁾ und von mir⁴⁾ angegeben wurden, bestehen erhebliche Abweichungen. Hr. E. Fischer hat nun vor Kurzem⁵⁾ das Aurat eingehender untersucht und gefunden, dass die Krystallisationen des Salzes, welche den von Brieger und von mir angegebenen niedrigeren Schmelzpunkt (209°) besitzen, einen wesentlich zu niedrigen Goldgehalt aufweisen. (Differenz ca. 2.5 pCt.)

Da indessen zufolge den Analysen von Brieger und mir auch normal zusammengesetzte Krystallisationen des Salzes existiren, welche denselben niedrigen Schmelzpunkt zeigen, so klärt Hrn. Fischer's Untersuchung den Widerspruch nicht auf. Die Lösung desselben glaube ich in der Beobachtung zu finden, dass das normal zusammengesetzte Betaïnchloraurat dimorph ist; es tritt in einer rhombischen Modification auf (hochschmelzendes Salz von E. Fischer) und in

das das in das Gefäß hineinragende Ende mit seiner Mündung ca. 1 cm über dem Kork steht. Kleine Mengen Quecksilber oder sonst einer passenden Substanz schützen dann diesen vor der Berührung mit dem Extractionsmittel.

¹⁾ Der Apparat ist gesetzlich geschützt.

²⁾ Diese Berichte **27**, 167 [1894].

³⁾ Ueber Ptomaine, III, Berlin 1886, S. 77.

⁴⁾ Diese Berichte **35**, 597 [1902]. ⁵⁾ Diese Berichte **35**, 1593 [1902].