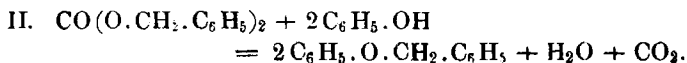
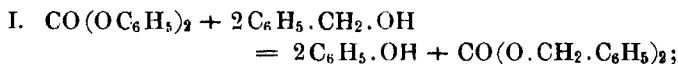


soll der stärkere Benzylalkohol das Phenol verdrängen, wie im Falle des Oxalsäurediphenylesters, und dann eine Einwirkung des Phenols auf das Dibenzylcarbonat unter Bildung eines gemischten Aethers und Entwicklung von Kohlensäure stattfinden:



Zur Prüfung der Richtigkeit dieser Ansicht wurden 1.88 g Phenol und 2.42 g Dibenzylcarbonat gemischt. Das Phenol löste sich unter Wärmebindung grösstentheils auf. Sowohl beim langsamen Destilliren des Gemisches aus dem Metallbade, als nach 3-stündigem Sieden unter Rückfluss wurden je 1.8 g Destillat von 180—210° erhalten, die grösstentheils erstarrten und sich als Phenol erwiesen. Nur geringe Mengen waren in Natronlauge nicht löslich. Kohlensäure war in beiden Fällen nur spurenweise nachzuweisen. Die Gesamtmgewichtsverluste betragen 0.1—0.2 g, während nach obiger Gleichung 0.44 g Kohlensäure und 0.18 g Wasser hätten verloren gehen sollen. Die nach dem Abdestilliren des Phenols an der Luft hinterbliebenen Oele gingen bei der Rectification im Vacuum beim Siedeintervall des Kohlsäuredibenzylesters über. Eine Umsetzung mit Phenol war mithin nicht eingetreten.

30. J. Wetzels: Eine neue Form von Gaswaschflaschen und Absorptionsapparaten für die Elementaranalyse.

[Mittheilung aus dem I. Chemischen Institut der Universität Berlin.]

(Eingegangen am 8. December 1902.)

Fast alle gebräuchlichen Apparate, in denen Gase durch ein flüssiges Absorptionsmittel von einem ihrer Bestandtheile befreit werden sollen, leiden an dem Uebelstande, dass die Berührung des Gases mit der Absorptionsflüssigkeit eine zu wenig innige ist. Ein einfaches Durchleiten des Gases durch die Waschflüssigkeit bedeutet ein recht mangelhaftes Verfahren, wie z. B. jeder weiss, dem bei Ausführung einer Elementaranalyse ein Theil der Kohlensäure durch den vorgelegten Kaliapparat hindurch in die Luft entwich, sobald einmal die Verbrennung etwas zu schnell von statten ging, und der Gasstrom lebhafter als gewöhnlich wurde. Um eine bessere Ausnutzung der Waschflüssigkeit zu erzielen, benutzt man seit Langem Bimsteinstückchen, die man mit dem Absorptionsmittel tränkt. Ihre Wirkung lässt

aber bald nach, sobald nämlich das Letztere auf der Oberfläche des Bimsteins an dem zu absorbirenden Körper gesättigt ist; die in's Innere des porösen Materials aufgenommene Flüssigkeit kommt nicht zu genügender Geltung.

Ich habe nun, um der Waschflüssigkeit die nothwendige grosse Oberfläche zu geben, mich der Glaswolle bedient, welche grosse Flüssigkeitsmengen aufzusaugen im Stande ist, und sich dabei leicht reinigen lässt. Der im Folgenden beschriebene Kali- und Schwefelsäure-Apparat für die Elementaranalyse (Abb. 1 und 2) und die Gaswaschflasche (Abb. 3) zeigen eine um das Vielfache gesteigerte Absorptionsfähigkeit gegenüber den bisher benutzten Apparaten.

Den Figuren sind nur wenige Worte hinzuzufügen.

Bei dem Kaliapparat (Fig. 1) tritt das Gas durch das Zuleitungsrohr *A* in die Kalilauge im inneren Theile des Apparates ein und passirt die mit Kalilauge durchtränkte Glaswolle *B*. Mehrere dornartige Glasansätze *C* halten die Letztere in einiger Höhe über der unten befindlichen Kalilauge, damit ein ungestörtes Beobachten der durchtretenden Gasblasen gesichert bleibt. Das von Kohlensäure völlig befreite Gas nimmt seinen Weg durch Rohr *D* und eine lange Schicht Natronkalk hindurch, mit der der innere röhrenförmige Theil des Apparates beschickt ist, in's Freie. Die verhältnissmässig grosse Länge dieses Natronkalkrohres, verbürgt auch bei sehr schnellem Gang der Analyse eine völlige Trocknung

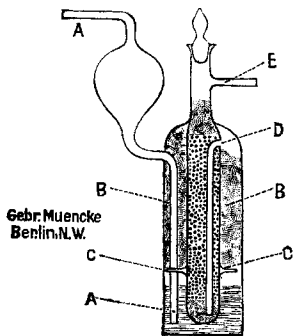


Abbildung 1.

des aus der Kalilauge austretenden Gases. Ausserdem werden durch die feste Verbindung dieses Rohres mit dem Kaliapparate alle die Fehler vermieden, welche bei Gummi- oder Schliiffverbindungen sonst auftreten. Die Absorptionsfähigkeit des Apparates ist eine überaus grosse

Mehrere zur Controlle vorgenommene Verbrennungen leicht flüchtiger Körper, wie z. B. wasserfreie Blausäure, gaben immer ganz genaue Resultate, selbst wenn die Verbrennung absichtlich sorglos ausgeführt wurde und im Laufe weniger Minuten vor sich ging. Die Form des Apparates ist eine sehr handliche und stabile; er lässt sich äusserlich leicht reinigen und kann ohne Stativ oder dergl. auf die Waageschale gesetzt werden.

Die Füllung des Apparates geschieht dadurch, dass man durch *A* 20–25 ccm 33-procentiger Kalilauge einsaugt. Durch vorsichtiges Neigen veranlasst man die Durchtränkung der Glaswolle, wobei man

darauf achte, dass keine Flüssigkeit in das Rohr *D* gelange. Die Flüssigkeit im unteren Theil des Apparates soll etwa 1 ccm hoch stehen. Die Beschickung des inneren Rohres erfolgt mit feinem, gesiebtem, vor der Benutzung ausgeglühtem Natronkalk (der käufliche Natronkalk enthält stets viel Wasser), den man zwischen zwei Pfropfen von Glaswolle festlegt. Gebrauchsfertig wiegt der ganze Apparat 45–55 g. Bei der Neufüllung wird die Glaswolle mit neuer Kalilauge einige Male gewaschen.

Der in Abb. 2 wiedergegebene Schwefelsäureapparat dient zur Absorption des Wassers, anstatt der meist gebräuchlichen Chlorcalciumröhren. Das Innere des Apparates ist mit Glaswolle und soviel Schwefelsäure gefüllt, dass letztere gerade zur Durchtränkung der Glaswolle ausreicht. In *A* condensirt sich die Hauptmenge des gebildeten Wassers und kann nach der Wägung beim Neigen des Apparates durch das Zuleitungsrohr entfernt werden, um die Schwefelsäure möglichst wasserfrei zu erhalten. Auch dieser kleine Apparat erfüllt seinen Zweck in vollkommener Weise; er steht auf ebener Unterlage ohne Weiteres.

Das gleiche Princip ist bei der Gaswasch- und Trocken-Flasche (Abb. 3) befolgt, die nach meinen Versuchen so gut absorbirt, wie sechs hintereinander geschaltete Waschflaschen der bisher benutzten Art ohne Glaswollefüllung. Die Flüssigkeit (ausser der durch die Glaswolle aufgesaugten) im Raum *A* betrage nicht mehr, als die Sicherheitsröhre *B* aufzunehmen vermag; dadurch wird ein Zurücksteigen der Flüssigkeit vermieden. Die Waschflasche kann in allen Fällen warm empfohlen werden, wo es sich um absolute Trocknung oder Reinigung eines Gases handelt.

Die Apparate sind ges. geschützt, ihre Anfertigung hat die Firma Gebrüder Muencke, Berlin N.W., Karlstrasse, übernommen.

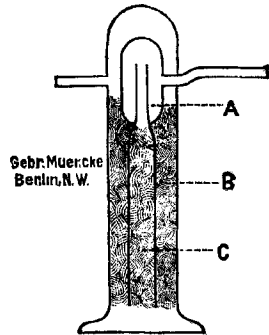


Abbildung 2.

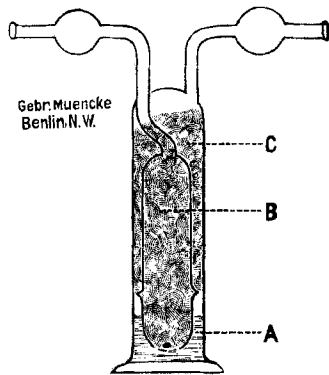


Abbildung 3.