

Die gesättigten wäßrigen Lösungen enthalten bei 19.7° in 10 ccm 0.74 g Dichlor-pikrinsäure, 0.74 g Natriumsalz, 0.055 g Kaliumsalz. Die Salze sind citronengelb, das Kaliumsalz bildet feine Nadeln, das Natriumsalz vierseitige Prismen.

88. C. Harries und Reinold Haarmann: Über einen Laboratoriums-Apparat zur Wasserdampf-Destillation im Vakuum.

(Eingegangen am 9. Februar 1918.)

Die Destillation mit überhitztem Wasserdampf im Vakuum ist in der Praxis schon seit langer Zeit mit Erfolg angewendet worden¹⁾ und das Prinzip, welches man innehalten muß, um die hohe Temperatur des Wasserdampfs im Destillationskolben zu bewahren, lange bekannt²⁾.

In den Laboratorien der Hochschulen wird das Verfahren aber nur selten angewandt, und ein spezieller Apparat dafür ist unseres Wissens noch nicht beschrieben worden.

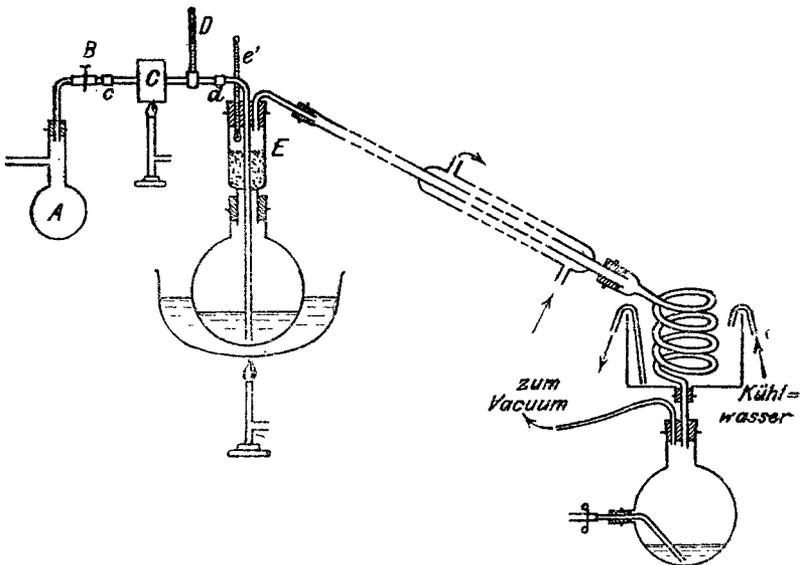


Fig. I.

¹⁾ Vergl. Engler, Höfer: Das Erdöl. Leipzig, S. Hirzel, 1916, S. 10/11.

²⁾ Privatmitteilung von Hrn. Dr. A. Schmidt, Höchst a. M., und anderen mehr.

Wir haben in letzter Zeit mit Erfolg folgende Ausführungsform benutzt: Man wendet einen Dampf von ca. 3—4 Atm. Druck an, wie man ihn in einem kupfernen, mit Manometer versehenen Dampfentwickler bequem erzeugen kann, führt den Dampf durch die Vorlage A, welche zur Aufnahme von Kondenswasser eingeschaltet werden muß, durch das Drossel-Ventil B in den Überhitzer C. — Mit Hilfe des Thermometers D läßt sich die Temperatur in demselben regulieren und auf ca. 300° festhalten. Der Teil c d ist ein mit der Schlange des Überhitzers verbundenes Metallrohr, in welches auf beiden Enden bei c und d die Glasrohrleitungen eingegipst werden müssen. E ist ein mit kleinen Glasröhren (Prinzip Raschig) angefüllter Aufsatz, der außen mit einem Asbestmantel als Wärmeschutz umgeben ist. Dieser Aufsatz ist ca. 12 cm hoch und 5 cm weit, die unteren verjüngten Enden haben einen Durchmesser von ca. 3.5 cm. Die Glasrohrstücke werden durch eine Metallspirale (verzinker Eisendraht) oberhalb des verjüngten Teiles in der gewünschten Lage festgehalten. Das Dampfeinleitungsrohr geht durch die Mitte dieses Aufsatzes hindurch und dient zugleich als Heizvorrichtung für denselben. Der Aufsatz behält das Überspritzen und Schäumen während der Destillation, das sonst kaum zu verhindern ist. Das Thermometer e' kontrolliert die Temperatur der destillierenden Flüssigkeit. — Siehe das vergrößerte Bild in Fig. II.

Der Destillationskolben steht in einem Ölbad, welches während der Destillation erhitzt werden kann. Das Kühlrohr muß, um Springen zu vermeiden, aus Jenenser Glasrohr sein und darf

nicht gleich mit kaltem Wasser gekühlt werden. Man läßt zu diesem Zweck ein Stück von ca. 70—80 cm als Luftkühler offen und umkleidet den unteren Teil mit einem Liebig-Kühlmantel, am besten aus Blech von ca. 1 m Länge. Das Kühlrohr steckt am Ende in einem Schlangenkühler, der seinerseits mit einer Vorlage mit geeigneter Ablaufvorrichtung für das übergegangene Kondensat verbunden ist.

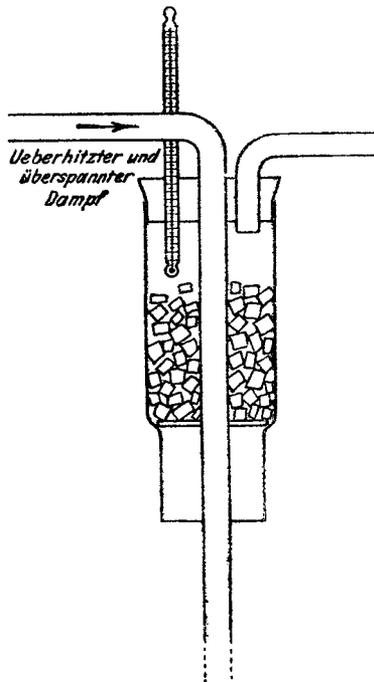


Fig. II.

Man stellt nun, nachdem alles gut schließt — wir benutzen Korkstopfen, die mit Leim und Kreide gedichtet werden — das Vakuum an. Hierbei muß man das Ventil B (Fig. 1) abdrosseln, um ein gutes Vakuum zu erhalten. Man kann so leicht ein Vakuum von 50 mm und weniger erzielen. Es kommt nur darauf an, daß man den Wasserdampf vor dem Überhitzer und nicht hinterher abdrosselt, um die Temperatur auf der erreichten Höhe auch im Destillationskolben zu erhalten. Würde man den Dampf hinter dem Überhitzer abdrosseln, so erzielte man bei der Entspannung desselben starke Temperaturerniedrigung¹⁾. — Der Effekt ist überraschend; Körper, die sonst nur äußerst langsam bei gewöhnlichem Druck mit noch so hoch erhitztem Wasserdampf übergehen, sausen nun mit Leichtigkeit über. Bemerkenswert ist, daß auch wäßrige Salzlösungen, die sonst nur schwer ihr Wasser abgeben, mit überhitztem Wasserdampf leicht vom Wasser zu befreien sind. Mit dem Übertreiben der Substanz kann man mit Hilfe dieses Apparates bei Gemengen eine ziemlich genaue Fraktionierung verbinden.

84. H. Maggi und G. Woker: Zur Frage des Stärkeabbaus durch Formaldehyd.

(Eingegangen am 20. Februar 1918.)

In einigen vorhergehenden Publikationen²⁾ haben wir über den Einfluß der Dialyse auf die Stärke-Formaldehyd-Gemische berichtet und angeführt, daß sich aus dem Dialysat nach dem Einengen (durch Verdunsten bei Zimmertemperatur) durch Zusatz der 10-fachen Menge 96-prozentigen Alkohols ein Niederschlag gewinnen läßt, den wir nach seinem Verhalten geneigt waren als Dextrin anzusprechen. Immerhin stand noch der bindende Beweis dafür aus, so lange es nicht gelungen war, denselben durch Inversion in Glykose überzuführen und den erhaltenen Zucker mittels der Osazonprobe als Glykose zu identifizieren.

Inzwischen ist uns nun die Überführung des fraglichen Dextrin-Niederschlages in Glykose gelungen. Wir sammelten die gesamten

¹⁾ Man könnte das Drosselventil auch hinter E vor dem Kühler anbringen, bei einem aus Glas hergestellten Apparat läßt sich dies aber schwer ausführen.

²⁾ Woker, B. 49, 2311 [1916]; 50, 679 [1917]; Maggi und Woker, ebenda, 50 1188 [1917]; Maggi, Z. f. allg. Physiol. (im Druck).