

mit über, so schadet es nichts. Man erkennt den Zeitpunkt des Reaktions-Endes an dem Hochsteigen des Dimethylsulfats an den Wänden des Reaktionskolbens und dem starken Ansteigen der Temperatur. Meistens polymerisiert sich am Schluß ein Teil der Isocyanat-Dämpfe im Kühler, doch ist er bei vorsichtigem Erwärmen und Arbeiten nicht groß.

Man löst jetzt die Vorlage, versieht sie mit einem Thermometer und destilliert das erhaltene Produkt in ein tariertes Rundkölbchen bis 70° ab. Die Ausbeute beträgt 15—16 g oder 50—55% der Theorie. Um das Präparat ganz rein zu erhalten, kann man es sofort noch einmal mit einem Fraktionier-Aufsatz destillieren. Es geht fast vollständig zwischen 42 und 45° über. Man kann so mit zweimaliger Destillation in $\frac{1}{2}$ Stde. vom Beginn der Reaktion an rund 12 g reines Methylisocyanat bequem gewinnen.

Wir erhielten in derselben Apparatur aus 50 g Kaliumcyanat mit 100 g Toluol-*p*-sulfonsäure-methylester nur 6—9 g Methylisocyanat, das allerdings schon nach der ersten Destillation ganz rein war; aber das sind nur 20—30% der Theorie.

2. Darstellung von Äthylisocyanat (Kohlensäure-äthylimid), $C_2H_5.N:C:O$.

In dem oben beschriebenen Apparat setzt man 50 g Kaliumcyanat mit 80 g Diäthylsulfat unter Zusatz von 10 g wasserfreiem Natriumcarbonat um. Die Reaktion verläuft sehr glatt, weil sich das Äthylisocyanat viel weniger leicht polymerisiert. Es braucht nicht so langsam tropfenweise übergetrieben zu werden, sondern es kann so rasch entwickelt werden, daß es am Höhepunkt der Reaktion in fast ununterbrochenem dünnen Strahle rinnt. Man erhält ohne Schwierigkeit 33 g, d. h. 95% der Theorie. Als Vorlesungsversuch ist diese Darstellung viel geeigneter als die Wurtzsche.

Zu einem bestimmten Versuch stellten wir uns einmal auch Propylisocyanat her. Der Toluol-*p*-sulfonsäure-propylester siedete unter 9 mm Druck bei ungefähr 189°. Die Ausbeute an Propylisocyanat war gering, genügte aber für unsere Zwecke zunächst. Propylisocyanat siedet ungefähr bei 80°. Uingehendere Untersuchungen darüber werden bei Gelegenheit folgen.

242. Walter Fuchs und Erich Honsig:

Über einen einfachen Laboratoriumsapparat zur Elektrodialyse.

(Eingegangen am 6. Mai 1925.)

Zur Durchführung der Elektrodialyse dient meist der Dreizellenapparat¹⁾, eine dreiteilige Zelle, welche durch Einlassen von zwei Diaphragmen in eine Wanne gebildet wird. Die aus Platin-Netzen bestehenden Elektroden befinden sich in den beiden äußeren Räumen, die zu behandelnde Flüssigkeit oder Substanz im Mittelraum.

Es war nun für uns im Zuge gewisser Untersuchungen wünschenswert, einen Apparat zu verwenden, bei dem der Mittelraum der Zelle leicht auswechselbar und für sich allein entfernbar sein sollte. Zu diesem Behufe bewährte sich uns sehr gut die folgende Anordnung, die wir deshalb den Fachgenossen mitteilen zu sollen glauben.

¹⁾ vergl. P. Prausnitz, Z. El. Ch. 28, 27ff. [1922].

Der Apparat bestand in der Hauptsache aus einem gläsernen Ring von 8 cm Durchmesser und 4 cm Breite; zum Einfüllen der Substanz war die Wandung des Ringes mit einer kreisrunden Öffnung von ca. 1 cm Durchmesser versehen. Zur Herstellung eines solchen Ringes dient ein Glaszylinder, den man vom Glasschleifer entsprechend zuschleifen läßt; natürlich kann man sich auch Ringe von anderen Dimensionen herstellen. Geometrisch betrachtet stellt also ein solcher Ring die Mantelfläche eines Zylinders dar; seine Grundflächen erhält dieser Zylinder in Gestalt von Membranen aus Pergamentpapier.

Zur Durchführung der Dialyse wird der Glasring mit einem einzigen Stück Pergamentpapier nach Art einer Trommel in bestimmter Weise überzogen. Ein quadratisches Stück Pergamentpapier, dessen Seitenlänge dem vierfachen Durchmesser des Ringes gleich ist, wird auf beiden Seiten mit Wasser gut befeuchtet. Sodann wird der Glasring auf das Papier gelegt, wobei man auf folgende Punkte achtet: man legt den Ring etwa in die Mitte der linken Hälfte auf das Papier, da die gesamte rechte Hälfte den Überzug für die zweite Grundfläche liefern muß; ferner achte man darauf, daß die Öffnung in der Ringwand gegen den Rand (nicht gegen die Mitte) des Papiers gerichtet sei, damit sie bei dem Umwickeln des Ringes frei bleibe. Nunmehr wird die eine Grundfläche mit dem Pergamentpapier überzogen und dieser trommelartige Überzug mit einem Gummibändchen, das man über den Ring spannt, befestigt. In gleicher Weise bespannt man auch die zweite Grundfläche des Zylinders. Schließlich wird das überragende Pergamentpapier um den Zylindermantel hochgeschlagen, mit zwei weiteren Gummibändchen fixiert und so zurechtgeschnitten, daß die kleine Öffnung in der Ringwand freibleibt. Durch die Öffnung kann die Substanz mittels eines Glastrichters eingefüllt werden.

Zur Aufnahme der Dialysiertrommel diente uns ein **Büchner**-Trichter, dessen Durchmesser nur wenig größer als der des Ringes sein soll. Kleine, zwischen Ring und Trichterwand geschobene Korkstückchen halten die Zelle in ihrer Lage mit der Öffnung nach oben fest. Durch die Öffnung kann ein Rührer eingeführt werden, durch den **Büchner**-Trichter kann man nach Bedarf Wasser oder eine andere Flüssigkeit kontinuierlich fließen lassen. Parallel zu den Pergamentmembranen schaltet man die Elektroden; als solche verwendeten wir Deckel von Platin-Tiegeln.

Brünn, Institut für Organische, Agrikultur- und Nahrungsmittel-Chemie der Deutschen Technischen Hochschule.
