

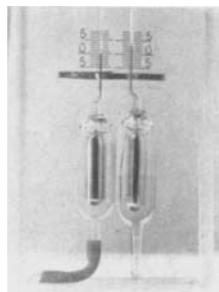
93. Erich Tiede und Hans Lemke: Ein Vorlesungsversuch zur Demonstration des Gefrierpunktes des schweren Wassers.

[Aus d. Chem. Institut d. Universität Berlin.]

(Eingegangen am 26. Januar 1938.)

Um in der anorganischen Experimentalvorlesung den bei $+3.8^{\circ}$ liegenden Gefrierpunkt des schweren Wassers neben dem des gewöhnlichen Wassers einem großem Auditorium vor Augen zu führen, benutzen wir folgende Anordnung:

Wie aus der Abbildung ersichtlich, besteht die Apparatur¹⁾ aus zwei kurzen Thermometern mit groß ausgebildeten Quecksilbergefäßen. Jedes dieser Gefäße ist von einem Mantel umgeben. Der eine Mantelinhalt ist mit gewöhnlichem destilliertem Wasser gefüllt, während der andere das schwere Wasser enthält. Die Apparatur befindet sich in einer Cüvette ($2 \times 5 \times 10$ cm). Das Gefäß mit dem gewöhnlichem Wasser trägt als Verschuß ein Schlauchstück, im Gegensatz zu dem das schwere Wasser enthaltende Gefäß, das durch die abgeschmolzene Capillare fest verschlossen ist. Der Schlauch erwies sich als notwendig, da er die beim Gefrieren eintretende Ausdehnung des Wassers ausgleicht und so das Gefäß gegen Zerspringen sichert. Außerdem bilden sich in dem mit Wasser gefülltem Schlauch die ersten Eiskristalle, so daß dadurch die bei Verwendung einer zugeschmolzenen Capillare oft eintretende Unterkühlung vermieden wird. Es ist deshalb vor Anstellung des Versuches darauf zu achten, daß der Schlauch vollständig mit Wasser gefüllt ist.



Abbild. 1.

Die gesamte Anordnung wird auf die übliche Weise projiziert (Bogenlampe, Kühlcüvette mit Wasser, Demonstrationscüvette, Sammellinse, Umkehrprisma). Es genügt, wenn am oberen Bildrand die Scala bei etwa 7° und am unteren ein Teil der mit Wasser gefüllten Gefäße sichtbar sind. Die Scharfeinstellung wird vor der Vorlesung vorgenommen. Vor Beginn des Versuches kühlt man Aceton durch Einwerfen von Kohlensäureschnee bis auf etwa -20 bis -25° ab und hält weiteren Schnee bereit. Zur Demonstration wird die Apparatur zuerst ohne Kühlflüssigkeit in der Projektion gezeigt und erklärt. Darauf wird außerhalb des Lichtkegels das gekühlte Aceton eingefüllt. Um ein Springen der Gefäße sicher zu vermeiden, gießt man zuerst nur soviel Flüssigkeit hinein, als man zum ersten Abkühlen des Apparates gebraucht, dann aber gleich den Rest des Acetons, bis die Wassergefäße vollkommen bedeckt sind. Die Temperatur beträgt dann in der Cüvette etwa -4° . Man halte einen Lappen bereit, da die Cüvettenwände anfangs stark beschlagen. Darauf wird die Apparatur in den Lichtkegel gebracht. Zuerst erstarrt das schwere Wasser, indem sich in der Capillare die ersten Krystalle bilden, und das Thermometer bleibt bei $+3.8^{\circ}$ stehen. Bald darauf erstarrt auch das gewöhnliche Wasser und das Thermometer stellt sich auf 0° ein.

¹⁾ Die Firma Richter & Wiese, Berlin N 4, stellt sie nach unseren Angaben auf Wunsch her.

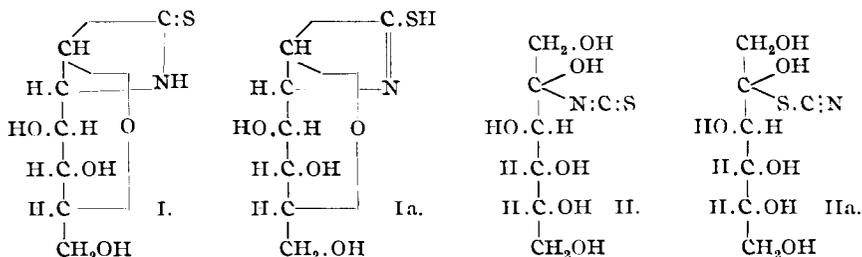
Während das schwere Wasser unter den angegebenen Bedingungen keine Unterkühlungserscheinungen zeigt, besteht die Möglichkeit, daß das gewöhnliche Wasser nicht bei 0° erstarrt. Der Grund hierfür liegt in der oben angegebenen Tatsache, daß das Schlauchstück nicht vollständig mit Wasser gefüllt ist. Sollte trotz allem kein Gefrieren eintreten, so tut man gut, das gewöhnliche Wasser durch Zugabe von fester Kohlensäure bis etwa —5° zu unterkühlen. Bei dieser Temperatur wird die Eisbildung ausgelöst, und man kann den Anstieg des Thermometers bis zum Nullpunkt beobachten. Bei zu starker Unterkühlung besteht die Gefahr, daß durch plötzliches Erstarrten der gesamten Wassermenge die Gefäßwände platzen.

94. Géza Zemplén, Árpád Gerecs und Elisabeth Illés: Verhalten der Fructose gegen Rhodanwasserstoffsäure.

[Aus d. Organ.-chem. Institut der Techn. Hochschule Budapest.]

(Eingegangen am 11. Februar 1938.)

In einer früheren Arbeit¹⁾ wurde gezeigt, daß bei der Einwirkung von Rhodanwasserstoffsäure auf Glucose μ -Thiol-glucoxazolin entsteht, dem wir die Formel I oder Ia zuschrieben.



Das Patent der Kali-Chemie A.-G., Berlin²⁾, das uns zu obigen Untersuchungen veranlaßte, beschreibt ebenfalls eine Verbindung aus Fructose und Rhodanwasserstoffsäure. Gegenstand folgender Untersuchungen war die Darstellung und nähere Charakterisierung dieses Fructose-Abkömmlings.

Die Darstellung der Fructose-Verbindung geschieht nach der Patentbeschreibung, indem man konzentrierte Lösungen von Fructose bzw. Rhodankalium mit der entsprechenden Menge konz. Salzsäure versetzt und von dem nach einigen Tagen sich ausscheidenden Chlorkalium und gelblichen Nebenprodukten filtriert; das gewünschte Produkt vom Schmp. 213° scheidet sich aus dem Filtrat nach längerem Stehenlassen ab. Die Ausbeute aus 64 g Fructose soll 21 g betragen.

Wir arbeiteten zunächst genau nach dieser Vorschrift, konnten aber aus 64 g Fructose nur 1 g Substanz vom Schmp. 216° isolieren, die einstweilen als Fructose-Rhodanverbindung I bezeichnet werden soll. Die Untersuchung zeigte, daß sie sich zum μ -Thiol-glucoxazolin vollkommen ver-

¹⁾ G. Zemplén, Á. Gerecs u. M. Rados, B. **69**, 748 [1936].

²⁾ Dtsch. Reichs-Pat. 590580 (C. **1934** I, 2160).