

Schmelz-, Destillations- und Sublimations-Apparat.

Nach

Dr. Ludwig Paul.

Die bisher in chemischen und Färbelaboratorien für Schmelz- und Färbversuche vielfach verwandten Porzellanbecher, haben den Übelstand, dass sie bei hoher Erhitzung unhandlich werden. Dies gilt nicht nur für Schmelzen, die bei hoher Temperatur ausgeführt werden, sondern auch dann, wenn der Porzellanbecher im kochenden Wasser- oder Dampfbad für Färbezwecke erhitzt wird.

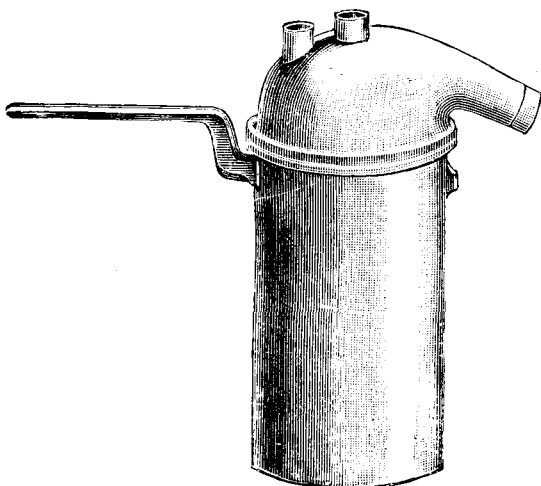


Fig. 186.

Ein seitlich angebrachter Griff erleichtert in jedem Fall das Arbeiten damit. Aber auch sonst gewährt der angebrachte Griff mancherlei Vortheile gegenüber dem bisher grifflosen verwandten Porzellanbecher. Handelt es sich bei Schmelzversuchen im Ölbad um eine genau im Innern einzuhaltende Temperatur, so ist dieses nur schlecht bei Benutzung des grifflosen Bechers zu erreichen. Der Becher muss, wenn man den Apparat nicht compliciren will, auf dem Boden des Ölbadestehen, wobei die darunterstehende Flamme stets eine Überhitzung im Innern des Porzellanbechers hervorruft. Mit Hilfe des Griffs kann der Becher eingespannt und einige Centimeter über dem Boden des Ölbadest gehalten werden, wodurch jene Überhitzung vermieden wird. Wird aber über freier Flamme erhitzt, vielleicht auf dem Drahtnetz, so wird durch das Einspannen ein Umfallen des Bechers vermieden, wenn ein Thermometer als Temperaturmesser und Rührstab benutzt wird.

Eine weitere Verbesserung hat der Porzellanbecher dadurch erfahren, dass man ihn mit einem mehrfach tubulirten Porzellanhelm

versehen kann. Dieser Helm kann mittels Papierdichtung (oder auch Asbest) ziemlich dicht auf den Becher aufgepasst werden. Die Befestigung geschieht durch Draht oder Klemmschrauben. Je nachdem die zur Schmelze verwandten flüchtigen Substanzen zurückfliessen oder überdestillirt werden sollen, wird der aufwärts- oder abwärtsgerichtete Tubus mit einer entsprechenden Apparatur verbunden.

Bei Sublimationsversuchen oder Destillation von leicht festwerdenden Körpern, wie p-Toluidin oder p-Phenylendiamin, kann ein in den Becher eingeführter Gasstrom oder durch Verbindung mit der Saugpumpe die Dämpfe leicht fortführen, die sich dann in einer zwischen Becher und Saugflasche angebrachten weiten Glasröhre condensiren. Ein dritter Tubus dient eventuell zur Einführung eines Thermometers oder einer Rührvorrichtung.

Auf diese Weise kann bei einer Schmelze die Menge der abgehenden Körper festgestellt und nach Entfernung des Helms die Entleerung des Bechers vorgenommen werden. Gerade letzterer Umstand macht den Becher so sehr geeignet für Schmelzversuche gegenüber der Anwendung eines Kolbens.

Durch die vorgenommenen Verbesserungen, bestehend in der Anbringung eines Griffs und tubulirten Helms, ist der einfache Porzellanbecher in einen Schmelz-, Destillations- und Sublimationsapparat umgewandelt worden, ohne an Einfachheit zu verlieren. Der Apparat wird von der Sanitäts-Porzellan-Manufactur W. Haldenwanger in Charlottenburg in allen Grössen fabricirt und kann durch diese Firma bezogen werden.

Wo der Griff vielleicht zu unbequem erscheint und die Besorgniss eines Bruchs entsteht, kann derselbe auch durch zwei oben seitlich angebrachte und sich gegenüberstehende kurze Porzellan-Flächenstücke ersetzt werden. Bei lange andauerndem und auf dem Drahtnetz auszuführenden Schmelzen mag dieses unter Umständen vortheilhafter sein. An der Tendenz des Apparates wird aber dadurch nicht das Geringste geändert.

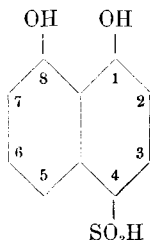
1, 8-Dioxynaphtalinmonosulfosäure.

Von

Ludwig Paul.

Durch Verschmelzen der Naphtoldisulfosäure S, α -Naphtol- δ -(Schöllkopf'schen)-disulfosäure, mit Ätznatron, entsteht nach dem

Pat. No. 54 116 (Farbenfabriken vorm. Bayer & Co. in Elberfeld), die für die Farbenfabrikation überaus werthvolle 1, 8-Dioxynaphtalinmonosulfosäure:



Durch die Peristellung der beiden Hydroxylgruppen im Verein mit der α -Stellung der Sulfogruppe, entstehen bei der Combination mit Diazo- und Tetrazoverbindungen Farbstoffe, mit sehr blautichiger und klarer Nüance, die sich auch als beizenfärbend erwiesen, sofern dieselben Chromlacke zu bilden im Stande sind.

Mit den Diazoverbindungen der Sulfanilsäure und Anisidinsulfosäure z. B., werden Farbstoffe von der Nüance des Fuchsins gebildet, die weit grössere Walk- und Lichtechtheit zeigen, als die unter dem Namen Azocarmin in dem Handel befindliche Sulfosäure des Phenylrosindulins.

Zur Herstellung der 1, 8-Dioxynaphtalinmonosulfosäure kommen in einen mit Rührwerk versehenen, gusseisernen Kessel 6 k Ätznatron und 2 k Wasser, welche auf 120° bis zur Lösung erhitzt werden. Dann werden nochmals 4 k Ätznatron in kleineren Stücken hinzugefügt und auf 180° bis zur vollständigen Lösung erhitzt, im Ganzen $3\frac{1}{2}$ Stunden. Während $2\frac{1}{4}$ Stunden werden darauf 4 k α -Naphtol- δ -disulfosaures Natron von 92 Proc. Gehalt langsam eingetragen, wobei jedesmal ein gelindes Schäumen stattfindet. Die Temperatur steigt dadurch auf 210 bis 215° und wird hierbei etwa $2\frac{1}{2}$ Stunden gehalten.

Probeziehen. Eine Probe der Schmelze wird in Wasser gelöst und filtrirt. Das Filtrat, welches eine starke Fluorescenz zeigt, wird darauf mit Essigsäure angesäuert und solange mit Diazobenzollösung versetzt, bis alle Dioxysäure in Form des gebildeten Farbstoffes ausgefallen ist. Gibt das Filtrat mit Diazobenzol und essigsauerm Natron keinen Farbstoff mehr, so entsteht, wenn noch unzersetzte α -Naphtol- δ -disulfosäure vorhanden ist, auf Zusatz von Ammoniak und Diazobenzol Orange. Bleibt diese Reaction aus, so ist alle Disulfosäure in Dioxysäure übergeführt. Die Schmelze wird dann auf Bleche gegossen, nach dem Erkalten in 31 k Salzsäure von 20° Bé. eingetragen, mit directem Dampf aufgekocht und die abge-

schiedene Dioxysäure abfiltrirt und gepresst. Man erhält 7 k Presskuchen, welche nur wenig kochsalzhaltig sind. Durch abermaliges Lösen desselben, Filtriren und Krystallisirenlassen, kann die Dioxysäure bis zu 73 Proc., doch niemals ganz frei von Kochsalz erhalten werden. Am besten löst man oben erhaltene 7 k Presskuchen in Wasser, filtrirt, und titirt die erhaltene Lösung mit Diazobenzol, um sie direct zur Farbstoffbereitung zu verwenden.

Durch Eindampfen der Mutterlauge erhält man weitere Mengen Dioxysäure, die mit der Vorsicht abgeschieden werden, dass man die eingedampfte, bis zur Bildung einer Salzhaut concentrirte Mutterlauge, zunächst auf 80° abkühlen und so das Salz sich abscheiden lässt. Die aus dem Filtrat erhaltene Dioxymonosulfosäure wird dann weniger kochsalzhaltig.

Beim Trocknen einer solchen, weniger kochsalzhaltigen Dioxysäure tritt leicht Schwärzung ein. Die hier eingetretene theilweise Zersetzung ist eine vollständige, wenn ein so hergestelltes Präparat längere Zeit in schlecht verschlossenen Flaschen aufbewahrt wird.

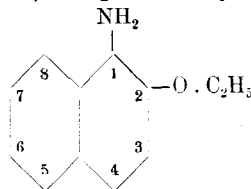
Ausbeute. Aus 3,68 k 100 proc. α -Naphtol- δ -disulfosäure wurden 2,96 k 1, 8-Dioxynaphtalinmonosulfosäure erhalten, entsprechend 72,7 Proc. der Theorie.

Über α -Amido- β -Naphtoläther.

Von

Ludwig Paul, Charlottenburg.

I. α -Amido- β -Naphtoläthyläther:



1. Ätherificirung. 4 k denat. Alkohol von 95° Tr. kommen in einen gusseisernen, mit Rührwerk versehenen Kessel, der von aussen durch Dampf erhitzt, bez. durch Wasser gekühlt werden kann. Dazu laufen schnell, während das Rührwerk geht, 4 k Schwefelsäure von 66° Bé. In die heisse Mischung werden ebenfalls schnell 4 k β -Naphtol eingetragen, und danach das Ganze mit aufgelegtem Deckel etwa 6 bis 8 Stunden bei 95° erwärmt. Nach dieser Zeit schöpft man die Schmelze in einen angewärmten Thontopf und lässt über Nacht