

Oxyde des Schwefels am besten durch in Schiffchen liegende calcinierte Soda geschieht, und daß der Rückstand einfach mit Sodalösung ausgekocht und diese der Hauptlösung zugefügt wird. Nur wenn der Pyrit bleihaltig ist, muß der Rückstand mit konzentrierter Salzsäure ausgekocht werden, weil man sonst den an Blei gebundenen als nutzbaren Schwefel finden würde.

Da es sich im Rückstande immer nur um einen sehr geringen Teil des Gesamtschwefels handelt, so braucht dann das Ausfällen des Eisens nicht in so starker Verdünnung und das Auswaschen nicht so peinlich vorgenommen zu werden, wie bei Lunge. Das Ausspülen des Verbrennungs- und des Einsatzrohrs geschieht in wenigen Minuten, von dem Einsatzrohr braucht nur die Mündung etwa 1—2 cm mit Wasser abgespült zu werden, indem man diese zweimal je in ein wenig im Reagensglas befindliches Wasser taucht. Das Einsatzrohr wird dann mit Fließpapier abgewischt und ist sofort wieder für die nächste Verbrennung fertig. Das Verbrennungsrohr stellt man besser zum Abtropfen und Trocknen beiseite und hält sich, wenn man sofort eine zweite Analyse vorzunehmen hat, ein zweites Verbrennungsrohr bereit, das mit dem ersten abwechselnd benutzt wird.

Wenn man sich einmal für die Methode eingerichtet und eingeübt hat, wird man in der gleichen Zeit bei gleicher oder größerer Genauigkeit mindestens die doppelte Zahl Analysen fertigstellen, als nach L u n g e, man vermeidet dabei alle unangenehmen Operationen der L u n g e'schen Methode, vor allen Dingen die Belästigung durch die nitrosen Dämpfe; wer seine Lunge liebt, wird daher unbedingt die Verbrennung vorziehen.

Vakuumdestillierapparat für feste Stoffe.

Von Dr. HUGO HAEHN.

(Eingeg. d. 27./7. 1906.)

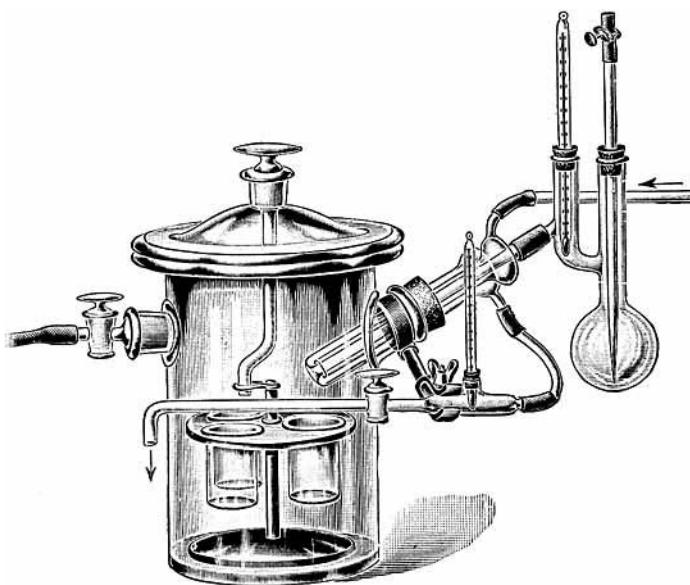
Destilliert man höher schmelzende Stoffe unter vermindertem Druck in E m e r y's¹⁾ Säbelkolben, so hat man verschiedene Schwierigkeiten, die recht lästig werden können, zu überwinden. So ist z. B. das Wechseln der Vorlage nur durch Unterbrechung des Vakuums möglich, oft kommt es dann auch vor, daß die Anschliffstelle zerspringt.

Diesen Übelständen geht man aus dem Wege, wenn man im Brühlschen²⁾ Apparate destilliert, nur muß man dafür Sorge tragen, daß das Absteige-

rohr des Fraktionierkolbens mit einer Heizvorrichtung umgeben wird. Ich führte einfach in den seitlichen Tubus des Rezipienten einen Kühler ein und verband denselben mittelst dickwandigen Gummischlauches mit dem kurzen, ca. 1 cm langen Absteigrohr eines Fraktionskolbens (vergl. Zeichnung). Durch angeheiztes Paraffinöl kann der Kühler, der hier als „Wärmer“ dient, auf den Schmelzpunkt der zu destillierenden Substanz erhitzt werden.

Man wählt zweckmäßig ein weites Absteigrohr am Fraktionierkolben, damit man den Kühler zum Teil in das Rohr hineinstecken kann, wodurch die nicht erwärmte Stelle zwischen Kolben und Kühler recht klein wird.

Das Paraffinöl wird in einem Metallgefäß erwärmt und durch den Kühler gehebert. Nachdem es den Apparat verlassen hat, fließt es durch ein mit einem Thermometer versehenes T-Rohr.



Bei der Destillation öffnet man zunächst den Glashahn am T-Rohr und läßt kaltes Paraffinöl durchlaufen. Dann erhitzt man das Reservoir, und wenn das Thermometer im Paraffinlauf den Schmelzpunkt der Substanz anzeigt, kann die eigentliche Destillation beginnen. Ist die Temperatur der Heizflüssigkeit nicht genügend hoch, so entstehen am Ende des Kühlers stalagmitenähnliche Gebilde.

Bei längerem Gebrauche wird der Gummistopfen im Tubus weich, weshalb der Kühler etwas in den Rezipienten hineingesogen wird. Um dies zu verhindern, bringt man zweckmäßig zwischen Gummistopfen und Glaswulst einen durchbohrten Korkstopfen. Die einzelnen Glasteile des Paraffinhebers werden durch kurze Druckschläuche verbunden.

Das Diphenyl, das bei 71° erstarrt, läßt sich z. B. ganz bequem in diesem Apparate fraktionieren. Ohne Heizvorrichtung des Destillierrohres wäre diese Operation unmöglich. Man kann mit der Temperatur der Heizflüssigkeit weit über 100° hinausgehen. Zimtsäure, die bei 133° schmilzt, wurde ohne Schwierigkeit destilliert.

¹⁾ Berl. Berichte **24**, 596 (1891).

²⁾ Berl. Berichte **21**, 3339 (1838).

Man benutzt zweckmäßig einen Claisen-
schen Destillierkolben mit Siedekapillare. Anfangs
überhitze man die Substanz ein wenig, damit sich
die ersten Dämpfe nicht an der Verbindungsstelle
zwischen Kolben und Kühler verdichten. Die Siede-
temperatur liest man an einem langen Thermometer
ab, da sich ein kurzes im Dampf beschlägt.

Beispiele:

1. Diphenyl. F. 71°, Kp. 254°.
In der Minute gingen 24 Tropfen über. Der
Kolben war zur Hälfte mit geschmolzenem
Diphenyl gefüllt, Kp. bei 14 mm 127—128°
(korr.).
2. Resorcin. F. 118°, Kp. 274°.
Kolben zur Hälfte mit Resorcinflüssigkeit ge-
füllt, Kp. bei 9 mm 154° (korr.). Destillations-
geschwindigkeit: 20 Tropfen pro Minute.
3. Zimtsäure. F. 133°, Kp. 300°.
Bei 9 mm 167° (korr.). Destillationsgeschwin-
digkeit: 36 Tropfen pro Minute.

Stoffe, die leicht sublimieren, setzen sich in
der Vorlage in schönen Kristallen ab, weshalb die
Sublimation solcher höher schmelzenden Sub-
stanzen auch sehr gut in diesem Apparate vorge-
nommen werden kann. — F. Hugershoff in Leipzig
liefert diese Apparate in guter Ausführung. (D.
R. G. M.)

Königsberg i. Pr., Juli 1906.

Pharm.-chem. Labor. der Universität.

Zuschrift an die Redaktion.

Herrn Prof. Dr. B. R a s s o w,
Leipzig.

In meiner unlängst veröffentlichten Abhand-
lung: „Verhalten des Selen im Schwefelsäure-
betriebe¹⁾“ besprach ich in Kürze auch die Dar-

stellung von Selen. Dieser Passus erregte nun
das Mißfallen des Herrn Dr. L. D e u t s c h. (diese
Z. 19, 1329 [1905]), weil meine Beschreibung mit
den Worten beginnt: „Ich arbeite seit Jahren mit
bestem Erfolge usw.“, und er erklärt, das fragliche
Verfahren im Jahre 1896 bis in die kleinsten Details
ausgearbeitet und in die Praxis übertragen zu
haben. —

Ich muß annehmen, daß Herr Betriebsdirektor
Dr. L. D e u t s c h den wahren Sachverhalt ver-
gessen hat, denn im Jahre 1896 hatte die Gesamt-
produktion an Selen ungefähr 20—25 g betragen.
Eine derartige Selenfabrikation habe ich nun
allerdings in meiner Beschreibung nicht gemeint,
sondern stets jenen regelrechten, f a b r i k m ä ß i-
gen Betrieb, welchen ich in Brassó Ende 1899 —
ungefähr acht Monate, nachdem Herr Dr. D e u t s c h
die Fabrik bereits verlassen hatte — mit speziellen
Einrichtungen ins Leben gerufen habe, und zwar
auf Grundlage m e i n e r Vorversuche und Studien,
welche mich in den Jahren 1897 bis 1899 — aller-
dings war damals noch Herr Dr. D e u t s c h Direk-
tor der Fabrik — zu dem fraglichen Verfahren, einer
Kombination verschiedener bekannter Methoden,
führten; hierbei fand gleichzeitig auch eine labora-
toriumsmäßige Erzeugung von Selen aus Glover-
schlamm in etwas namhafterer Menge, aber ohne
Rücksicht auf quantitative Ausbeute statt. Die
kleinsten Details und das ökonomische Aufarbeiten
von minderwertigen Rohmaterialien konnten sich
naturgemäß erst bei der allgemeinen praktischen
Aufbereitung, sowie weiteren Studien ergeben,
welche aber Herr Dr. D e u t s c h weder eingeleitet,
noch mitgemacht hat; von denselben dürfte er
somit erst aus meiner erwähnten Abhandlung
Kenntnis erhalten haben, ebenso auch von vielen
seinerzeit unaufgeklärten und unabgeschlossenen
Fragen.

Hochachtungsvoll

Dr. S i g m u n d L i t t m a n n.

78. Versammlung deutscher Naturforscher und Ärzte zu Stuttgart am 16. bis 22. September 1906.

(Schluß von S. 1658.)

Abteilungssitzungen der naturwissenschaftlichen Hauptgruppe II.

II. Abteilung.

Physik einschließlich Instrumentenkunde und wissenschaftliche Photographie.

2. Sitzung, Dienstag den 18. September.

E. S o m m e r f e l d t - Tübingen: „Beobach-
tung an optisch aktiven Kristallen“. Der Vortragende
macht über die bereits in einer vorläufigen Mittei-
lung (Z. physikal. Chem. 7, 390, [1906]) behandelten
optischen Eigenschaften des Mesityloxyd-oxal-
säuremethylesters ausführlichere Angaben auf
Grund von erweiterten Beobachtungen. Die Achsen-

bilder und Kristallformen werden durch Proji-
zieren der betreffenden Abbildungen erläutert; an
den Mikrophotogrammen der Achsenbilder ist das
auffallende Fehlen des Mittelbalkens deutlich er-
kennbar. Die Erweiterungen der Versuche im Ver-
gleich zur oben genannten Publikation bestehen
besonders darin, daß der Vortragende die Inter-
ferenzerscheinungen nicht nur bei der Drehung des
Präparates, sondern auch bei Drehung der ge-
kreuzten Nikols (während das Präparat fest bleibt)
verfolgte.

In der Diskussion ergreift Geheimrat W. V o i g t
das Wort und hebt die Wichtigkeit des vom Vor-
tragenden erlangten Resultates, durch welches eine

¹⁾ Diese Z. 19, 1081 (1906).