

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 Einsatzrohres 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 Lunge, man vermeidet dabei alle unangenehmen Operationen der Lunge-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.)

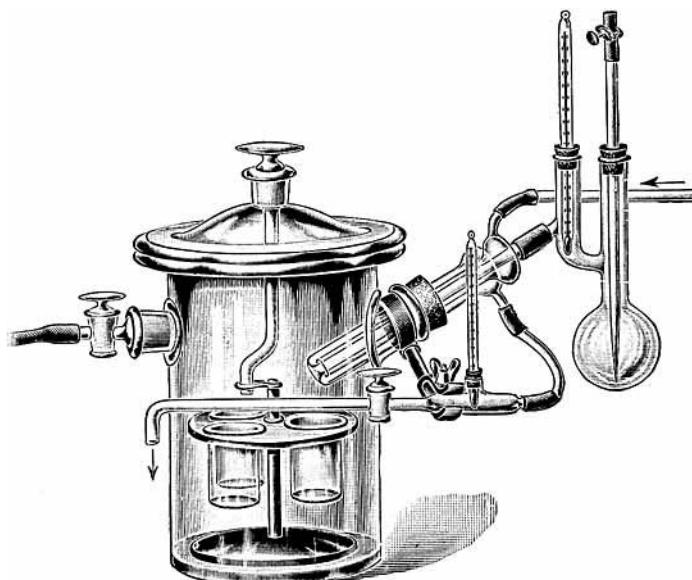
Destilliert man höher schmelzende Stoffe unter verminderterem Druck in E m e r y s¹⁾ Säbelkolben, so hat man verschiedene Schwierigkeiten, die recht lästig werden können, zu überwinden. So ist z. B. das Wechseln der Vorlage nur durch Unterbrechung des Vakuums möglich, oft kommt es dann auch vor, daß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

Diesen Übelständen geht man aus dem Wege, wenn man im Brühschen²⁾ Apparate destilliert, nur muß man dafür Sorge tragen, daß das Absteig-

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 stalagtitähnliche 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 (1888).

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 Siedetemperatur 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° (korrig.).

2. Resorcin. F. 118°, Kp. 274°.

Kolben zur Hälfte mit Resorcinflüssigkeit gefüllt, Kp. bei 9 mm 154° (korrig.). Destillationsgeschwindigkeit: 20 Tropfen pro Minute.

3. Zimtsäure. F. 133°, Kp. 300°.

Bei 9 mm 167° (korrig.). Destillationsgeschwindigkeit: 36 Tropfen pro Minute.

Stoffe, die leicht sublimieren, setzen sich in der Vorlage in schönen Kristallen ab, weshalb die Sublimation solcher höher schmelzenden Substanzen auch sehr gut in diesem Apparate vorgenommen 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. Rassow,
Leipzig.

In meiner unlängst veröffentlichten Abhandlung: „Verhalten des Selen im Schwefelsäurebetrieb“¹⁾ besprach ich in Kürze auch die Dar-

stellung von Selen. Dieser Passus erregte nun das Mißfallen des Herrn Dr. L. Deutsch. (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. Deutsch den wahren Sachverhalt vergessen hat, denn im Jahre 1896 hatte die Gesamtproduktion an Selen ungefähr 20—25 g betragen. Eine derartige Selenfabrikation habe ich nun allerdings in meiner Beschreibung nicht gemeint, sondern stets jenen regelrechten, fabrikmäßigen Betrieb, welchen ich in Brassó Ende 1899 — ungefähr acht Monate, nachdem Herr Dr. Deutsch die Fabrik bereits verlassen hatte — mit speziellen Einrichtungen ins Leben gerufen habe, und zwar auf Grundlage meiner Vorversuche und Studien, welche mich in den Jahren 1897 bis 1899 — allerdings war damals noch Herr Dr. Deutsch Direktor der Fabrik — zu dem fraglichen Verfahren, einer Kombination verschiedener bekannter Methoden, führten; hierbei fand gleichzeitig auch eine laboratoriumsmäßige Erzeugung von Selen aus Glosverschlamm 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. Deutsch 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. Sigmund Littmann.

**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. Sommerfeldt-Tübingen: „Beobachtung an optisch aktiven Kristallen“. Der Vortragende macht über die bereits in einer vorläufigen Mitteilung (Z. physikal. Chem. 7, 390, [1906]) behandelten optischen Eigenschaften des Mesityloxydioxalsäuremethylesters ausführlichere Angaben auf Grund von erweiterten Beobachtungen. Die Achsen-

bilder und Kristallformen werden durch Projektion der betreffenden Abbildungen erläutert; an den Mikrophotogrammen der Achsenbilder ist das auffallende Fehlen des Mittelbalkens deutlich erkennbar. Die Erweiterungen der Versuche im Vergleich zur oben genannten Publikation bestehen besonders darin, daß der Vortragende die Interferenzerscheinungen nicht nur bei der Drehung des Präparates, sondern auch bei Drehung der gekreuzten Nikols (während das Präparat fest bleibt) verfolgte.

In der Diskussion ergreift Geheimrat W. Voigt das Wort und hebt die Wichtigkeit des vom Vortragenden erlangten Resultates, durch welches eine

¹⁾ Diese Z. 19, 1081 (1906).