

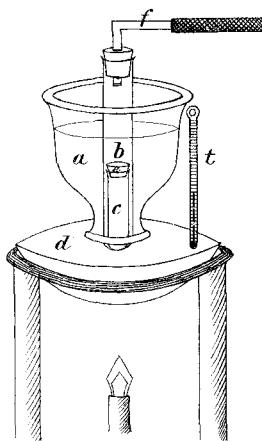
## Ein neuer Sublimationsapparat.

Mitteilung aus dem  
pharmazeut. Institut der Universität Jurjew-Dorpat.

Von V. Schkorzow.

(Eingeg. d. 12./10 1906.)

Bekanntlich dient als bestes und oft als einziges Reinigungsverfahren flüchtiger fester Körper die Sublimation. Als elementarste Apparate für diese Zwecke können zwei Schalen von gleicher Größe, deren Ränder sich decken, dienen. Für feinere Arbeiten sind zu verschiedener Zeit verschiedene Vorrichtungen vorgeschlagen worden. Im Jahre 1889 schlug Brügel<sup>1)</sup> als Sublimationsapparat eine doppelwandige Metallschale, bei welcher in der Mitte sich eine Öffnung für einen Tiegel, in dem sich die zu sublimierende Substanz befand, vor. Der Metallsteller wird durch eine Glasglocke (16 cm im Durchmesser) gedeckt, in welcher sich die sublimierende Substanz ablagern soll. Krafft<sup>2)</sup> seinerseits empfiehlt einen Apparat, welcher seiner Konstruktion nach sehr kompliziert und wahrscheinlich



teuer ist; in demselben kann man auch bei Luftverdünnung sublimieren. Da dieser Apparat durch keine Firma in den Handel gebracht wird, muß man annehmen, daß er keine weite Verbreitung gefunden hat. Vor kurzem empfahl Rüber seinen<sup>3)</sup> Apparat.

Dieser Apparat stellt zwei Glaszyylinder vor, die aneinander gelegt sich mit den Rändern berühren. Die zu sublimierende Substanz kommt auf den Boden des unteren Zylinders, der durch ein Uhrgläschen gedeckt wird, welches zum Auffangen des

Sublates dient. Am oberen Ende des Zylinders ist ein Glasröhrchen angeschmolzen, welches zur Regulierung des Druckes im Apparat dienen kann. Diesen Apparat benutzte auch ich. Das Unbequemste an ihm ist seine Größe, wenn man mit kleinen Mengen arbeitet; die Substanz schlägt sich an der ganzen Fläche des Zylinders nieder und ist dann schwer zu sammeln. Nachdem ich diese Unzulänglichkeiten selbst erfahren mußte, gelang es mir, einen neuen, sehr bequemen und einfachen Sublimationsapparat zu konstruieren. Mein Apparat besteht aus einer Glasglocke mit einem Tubus (a), in ihrer Öffnung wird ein Reagensrohr (b) befestigt; die Glocke selbst dient, nach oben gekehrt, als Kühler. Das Ende des befestigten Reagenszyinders geht durch einen Kork und wird in ein Bad (d) gebracht. Auf den Boden des Reagenszyinders kommt ein Röhrchen (c), welches die zu sublimierende Substanz (je nach der Menge desselben wird das Rohr und der Reagenszynder größer oder kleiner gewählt) enthält; das Röhrchen wird mit einem porösen Kork (e) (Kreide, ungebranntes Tonplättchen) oder Pergamentpapier verschlossen. Der äußere Reagenszynder wird mit einem Kork, durch den eine gebogene Glasröhre geht, zugestopft. Falls die Sublimation unter verminderterem Druck erwünscht ist, wird die Glasröhre (f) mit einer Wasserluftpumpe verbunden, falls unter gewöhnlichem Luftdruck gearbeitet wird, wird an das Rohr ein Chlormalziumrohr befestigt, um den Eintritt von Feuchtigkeit zu verhindern. Dieser einfache Apparat wird, je nachdem, wie hoch die Temperatur sein muß, um den Körper zu sublimieren, in dieses oder jenes Bad gebracht, natürlich taucht nur das untere Ende des Reagenszynders ein. Am besten benutzt man ein Bad aus Wasser, Öl oder Woodschem Metall, da dabei am leichtesten die Temperatur durch ein an den Apparat angebrachtes Thermometer (t) kontrolliert werden kann. In die Glasglocke wird, um die sublimierende Substanz abzukühlen, Wasser oder, falls nötig, eine Kältemischung gebracht.

Wie ersichtlich, kann man erstens in meinem Apparat die kleinste Menge sublimieren (2—3 mg), wenn erwünscht aber auch sehr große Quantitäten, falls natürlich der Apparat selbst vergrößert wird, zweitens wird der Verlust an Substanz ganz vermieden, drittens kann man mit ihm unter verminderterem Druck arbeiten, viertens kann die Temperatur reguliert werden und fünftens kann er auch in dem kleinsten Laboratorium zusammengestellt werden.

Dorpat, 24. Sept. 1906.

## Sitzungsberichte.

### Tübinger chemische Gesellschaft.

Sitzung vom 22./11. 1906. Vorsitzender: E. Wedekind. R. Weinland: Über Verbindungen des fünfwertigen Chroms<sup>1)</sup>.

<sup>1)</sup> Berl. Berichte 22, 238 (1889).

<sup>2)</sup> Berl. Berichte 28, 2583 (1895); 29, 2240 (1896).

<sup>3)</sup> Berl. Berichte 33, 1635 (1900).

<sup>4)</sup> Vgl. diese Z. 19, 1656 [1906].

E. Wedekind: Über die optische Isomerie bei Verbindungen des asymmetrischen Stickstoffes. Der Vortragende berichtet über weitere Aktivierungsversuche in der Reihe der asymmetrischen Ammoniumsalze; das optisch-aktive p-Phenetyl-methyl-allyl-benzyl-ammonium ist der erste Repräsentant einer neuen Reihe von aktiven Ammoniumbasen, und zwar wurde die l-Base durch fraktionierte Krystallisation des d-Camphersulfonates als