

dämmung zweckmäßigerweise den Siedepunkt modifiziert, wie es die Kühlflächengröße verlangt. Zur Vermeidung von Druckschwankungen ist aber die Einschaltung eines Druckregulators für Unterdruck zwischen Pumpe und Kühler erforderlich. Ohne diese Vorrichtung läßt sich die Temperatur der Kühlflüssigkeit schwer konstant erhalten.

Die Methode der Siedepunktveränderung durch Druckvariation hat noch einen weiteren Vorteil. Bei geeigneter Auswahl der dephlegmierenden Flüssigkeit kann man in einem Gemisch von mehr als zwei Stoffen auch die zweite, eventuell die dritte Komponente direkt abdestillieren, ohne eine Umfüllung der Kühlflüssigkeit vorzunehmen.

Die Versuche, die unter diesen Gesichtspunkten unternommen wurden, führten zur Konstruktion des in Fig. 1 abgebildeten Fraktionieraufsatzes. Um den Apparat vakuumdicht zu gestalten, die Verwendung von Gummistopfen, soweit sie in Berührung mit den Dämpfen kommen, aber zu vermeiden, ist der Rückflußkühler K durch Schliff mit dem Dephlegmator G verbunden. Außerdem wird das Thermometer, das zur Ablesung des Siedepunktes der Kühlflüssigkeit dienen soll, durch ein zweites mit einer angeschliffenen Kappe versehenes Ansatzrohr F eingeführt. Zum Gebrauch verbindet man das obere Ende des Rückflußkühlers mit einem Druckregulator L für Unterdruck. An diesen wird schließlich die Pumpe M geschaltet.

Besteht das zu trennende Gemisch aus zwei Komponenten, so füllt man in das Mantelrohr als dephlegmierende Flüssigkeit eine Substanz, deren Siedepunkt in der Nähe des niedrig siedenden Anteils liegt, und stellt durch Verschiebung des Druckrohres den Druckregulator so ein, daß der Siedepunkt der Kühlflüssigkeit einige Grad tiefer liegt als der des niedrig siedenden Bestandteiles. Eine Verminderung des Atmosphärendruckes um etwa 80 mm wird in der Regel genügen.

Bei einem Gemisch von mehr als zwei Stoffen, kann als dephlegmierende Flüssigkeit eine höher siedende Substanz angewandt werden, deren Siedepunkt durch Luftverdünnung bis zur gewünschten Temperatur erniedrigt wird. Wird das Ende einer Fraktion durch Aufhören der Destillation angezeigt, dann vergrößert man den Druck so lange, bis die Destillation von neuem einsetzt. In dieser Weise wurde bei Versuch 12 verfahren. Hierbei soll man sich immer von dem Bestreben leiten lassen, den Siedepunkt möglichst niedrig zu wählen. Bei hochsiedenden Flüssigkeiten empfiehlt es sich, den Dephlegmator durch Asbest oder Wolle vor zu starker Wärmeabgabe zu schützen.

Unter den Vorrichtungen zur Regulierung des Unterdruckes ist dem elektrischen Druckregulator, den Perkin¹⁶⁾ beschreibt, der Vorrang einzuräumen. Falls dieser Apparat nicht zur Verfügung steht, wird man sich des aus Fig. 1, ersichtlichen Quecksilberregulators L¹⁷⁾ bedienen, der leicht herzustellen ist und genau arbeitet. Allerdings muß bei starkem Unterdruck eine beträchtliche Quecksilbermenge in Kauf genommen werden, wenn man nicht aus diesem Grunde den Gebrauch des von Kraft¹⁸⁾ empfohlenen Druckregulators bevorzugen will, der jedoch ungenauer arbeitet als die vorher beschriebenen, daher erst in dritter Linie zu empfehlen ist.

Zum Schlusse soll noch erwähnt werden, daß die Versuche, mit Hilfe der Glasschraube einen gut funktionierenden Fraktionieraufsatz zu konstruieren, von keinem günstigen Resultat begleitet waren. 15 verschiedene Schraubenfraktionieraufsätze boten keine wesentlichen Vorzüge, so daß von einer Veröffentlichung dieser Apparate Abstand genommen werden mußte.

Zusammenfassung.

Von allen Fraktionieraufsätzen sind die mit Glasfüllung (Perlen oder Glasstückchen) die leistungsfähigsten. Handelt es sich um große Flüssigkeitsmengen, so ist einem langen Siederohr nach Hempel unbedingt der Vorzug zu geben. Geringere Substanzmengen erfordern Rektifikatoren kleinerer Dimensionen. Für Flüssigkeiten, die unter 100° sieden, ist ein nach Winssinger verbesserter Hempelaufsatz recht vorteilhaft und in der Handhabung nicht umständlich, da als Dephlegmierflüssigkeit das Kühlwasser des Destillationskühlers benutzt werden kann. Die Modifikation des Plückersehen Apparates, wie sie oben beschrieben

wurde (Fig. 3), unter Berücksichtigung der von Hahn angegebenen Punkte, vereinigt die Vorzüge des Dephlegmators von Winssinger mit der von Ekenberg angegebenen Rektifiziervorrichtung. Scheut man die Apparate, deren Rektifizierrohr auf bestimmter Temperatur gehalten wird, weil sie, mit der angegebenen Ausnahme des Hempel-Winssingersehen, sämtlich mit dem Nachteil einer umständlichen Handhabung behaftet sind, so steht ein Hempel-Dephlegmator selbst in kleinen Dimensionen immer noch im Vordergrund der Leistungsfähigkeit. Nur bei kleinen Sub-

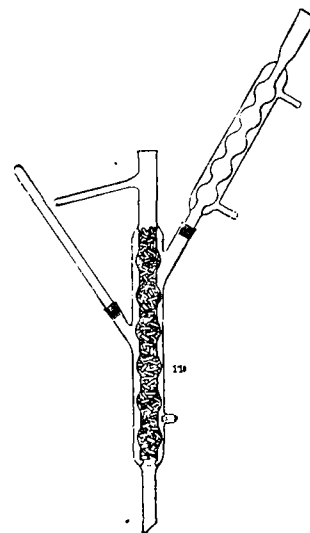


Fig. 3.

stanzmengen, bei denen ein Verlust durch Adhäsion ins Gewicht fällt, wird man von der Anwendung eines Fraktionieraufsatzes nach Hempel Abstand nehmen müssen und, soweit nicht von dem Gebrauch eines Dephlegmators überhaupt abgesehen wird, dem Linnemannschen Aufsatz den Vorzug geben. Alle übrigen Fraktionieraufsätze, von denen nur der noch andere Zwecke verfolgende Dephlegmator von Ekenberg auszunehmen ist, bieten keine wesentlichen Vorteile und entbehren mehr oder weniger der Existenzberechtigung. [A. 151.]

Zur Bestimmung des aktiven Sauerstoffs in Waschmitteln.

Eine Berichtigung von ROBERT BÜRSTENBINDER, Berlin.

(Eingeg. 26./9. 1919.)

In den „Einheitsmethoden für die Seifenuntersuchung“, herausgegeben vom Verband der Seifenfabrikanten Deutschlands, Berlin 1910, bei Julius Springer, ist auf Seite 68 eine Methode zur Bestimmung des Gehaltes an aktivem Sauerstoff in Waschmitteln angegeben. Sie soll so ausgeführt werden, daß man 2 g Einwaage anwendet, mit 1/10-n. Kaliumpermanganatlösung titriert, die Anzahl der verbrauchten cem mit 0,004 multipliziert und so direkt den Prozentgehalt an aktivem Sauerstoff erhält.

Es sei darauf hingewiesen, daß diese Methode falsch ist. Dieser Fehler hat sich leider auch in andere Werke eingeschlichen, wie in „Deites Handbuch“ u. a. m., und hat zweifellos zu manchen falschen Feststellungen schon geführt.

Allerdings ist diese Methode richtig, wenn man die verbrauchten cem mit 0,04 (nicht 0,004) multipliziert, dann kann aber immer noch übersehen werden, daß das schon den Prozentgehalt an aktivem O ergibt, daß man also nicht mehr auf 100 umrechnen darf.

Weit einfacher ist es deshalb, wenn man mit der Tatsache rechnet, daß

$$1 \text{ cem } 1/10\text{-n. Kaliumpermanganatlösung} = 0,0008$$

$$1 \text{ cem } 1/2\text{-n. Kaliumpermanganatlösung} = 0,004 \text{ g}$$

aktivem Sauerstoff entspricht, und daß man dann die Einwaage auf 100 umrechnen muß. [A. 162.]

¹⁶⁾ Chem. News 57, 247; Chem. Zentralbl. 1888, 992.

¹⁷⁾ Ostwald, Luther, Physiko-chem. Messungen; Chem. Zentralbl. 1893, I, 681.

¹⁸⁾ Ber. 15, 1693 [1882].