

durch ein Schauglas am Rückflußkühler sehr schön beobachten und zur Kontrolle der Reaktion anwenden. Die Entwicklung der Dämpfe läßt aber nach 1–2 Minuten nach, obgleich der Zinkstaub nicht völlig ausgenutzt ist. Es hat den Anschein, daß jedesmal dem Anfang der Reaktion die Abgabe von irgendwelchem Gas (Wasserstoff, Zinkwasserstoff?) von der Oberfläche der Zinkteilchen vor sich geht.

Es ist sehr interessant, daß eine solche Gasentwicklung in einigen Fällen auch am Anfang der Reaktion explosionsartig verlaufen kann. Dies konnten wir sehr oft für bestimmte Sorten von Zinkstaub nach der Vorätzung mit kochendem Wasser (nie mit Alkali, im Betrieb nach der Vorbehandlung mit kaltem Wasser) beobachten. Sogar im Laboratorium, beim Ansatz von 123° , bei dem Zusatz des ersten Löffelchens der Zinkstaubpaste bei $95\text{--}97^{\circ}$, kann der Inhalt des Gefäßes explosionsartig herausgeschleudert werden⁸⁾.

Als unsere Untersuchung abgeschlossen war, fanden wir das Referat des D. R. P. 336 841 (1921)⁹⁾, in welchem ein Verfahren zur Darstellung von fein verteiltem Zink mit einer großen Reaktionsfähigkeit geschützt wird, bestehend in der Behandlung des fein verteilten Zinks erstens mit heißem oder siedendem Wasser, oder zweitens mit alkalischer Flüssigkeit oder Natronlauge. Nach dieser Anmeldung hat ein so vorbehandelter Zinkstaub eine viel größere Wirkung als Fällungsmittel für gewisse Metalle aus Lösungen als auch gleichfalls als Reduktionsmittel zur Herstellung von Beizen. Durch unsere Untersuchungen ist gezeigt worden, daß ein so vorbehandelter Zinkstaub in gewissen Fällen ganz besondere Vorteile bei der Ausführung der Reduktion von Nitroverbindungen in alkalischer Lösung bieten kann, was aus dem betreffenden Patent nicht zu ersehen war. Es werden nicht nur Reduktionshemmungen, Stöße, Explosionsgefahr vermieden, sondern die Reaktion kann mit großer Geschwindigkeit (für Azoxybenzol bis zu $1\text{--}1\frac{1}{2}$ Stunden) und ausgezeichneter Ausbeute sogar bei 100° ausgeführt werden, während ohne Vorbehandlung z. B. 9–12 Stunden erforderlich wären. [A. 27.]

Berichtigung.

Bei der Veröffentlichung des Artikels „Zur Erkenntnis der Seidenbeschwerung“ in dieser Zeitschrift Nr. 11 vom 18. März 1926, Seite 380 f., sind folgende Druckfehler übersehen worden:

1. Der Name des Mitverfassers soll lauten: H. W. Gonell.
2. In Absatz 3, Zeile 2, muß es statt „Japan-, Trame“: „Japan-Trame“ heißen. Herzog.

⁸⁾ Möglicherweise handelt es sich um eine Aktivierung des Zinks durch fremde Beimengungen, die ähnlich der ist, welche von I. Michalenko und P. Muschin (Verhandlung des I. Mendelejew-Kongresses 1907, S. 317, Berichte des Technolog. Instituts zu Tomsk 31, [1913] für Magnesium beobachtet wurde. Diese Forscher untersuchten die Einwirkung auf Magnesiumstaub von Kristallhydrat Wasser verschiedener Salze. Während die einen Salze eine sehr schwache Wirkung ausübten, reagierte Magnesium mit den anderen Salzen schon bei dem Vermischen explosionsartig. Aber sehr träge reagierende Salze, wie $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, nach der Aktivierung mit Cu-, Hg-, Sn-Salzen eine sehr stürmische Reaktion gaben. Festes Natron-Hydrat reagierte sogar bei 200° ganz ruhig, während festes Kali-Hydrat bei 100° eine Explosion gab.

In diesen Explosionen mit Magnesium, die an Explosionen mit Natrium unwillkürlich erinnern, ist eine gewisse Analogie mit den obenbeschriebenen Zinkstaubexplosionen nicht zu verkennen.

⁹⁾ Zentr. 1921, IV, 418, Austral. Priorität 24. 10. 1919.

Neue Apparate.

Ein Extraktionsapparat mit Jenaer Glasfilterplatte, für kleine Stoffmengen und kontinuierliche Extraktion.

Von Dr. Th. Steche, chem. Assistent am Institut für Pflanzenbau der Universität Göttingen.

(Eingeg. 22. März 1926.)

Im vorigen Jahrgang dieser Zeitschrift¹⁾ hat Dr. Prausnitz, Jena, einen von mir angegebenen Extraktionsapparat kurz erwähnt; seine besonderen Verwendungszwecke will ich hier darlegen. Er ist entstanden, als im hiesigen Institut die Aufgabe vorlag, vergleichende Fettbestimmungen an Pflanzensamen auszuführen, wobei für jeden Versuch nur etwa $\frac{1}{2}$ g Stoff zur Verfügung stand. Eine Mikroapparatur besitzt das Institut nicht; um überhaupt vergleichbare Werte zu erhalten, mußte ich versuchen, alle Fehlerquellen soweit wie möglich zu beseitigen. Das war erstens die Papierhülse des alten Soxhletapparates, in der leicht etwas Fett zurückbleiben konnte; zweitens wollte ich den Apparat so klein haben, daß ich das extrahierte Fett ohne Umfüllen nach Abdampfen des Äthers im Stehkolben des Extraktionsapparates auf einer üblichen analytischen Wage wägen konnte.

Bei der Ausprobung des von Dr. Prausnitz gesandten Apparates (Fig. 1), der auch in dieser Zeitschrift 38, 1015 [1925], Fig. 4 (leider verkehrt, siehe die Berichtigung auf S. 1068) abgebildet ist, zeigte sich folgendes: Am günstigsten arbeitet er, wenn man die Flamme so einstellt, daß die Verdampfungsgeschwindigkeit ein klein wenig größer ist als die Filterungsgeschwindigkeit. Dann bleibt der Extraktionsraum dauernd mit Flüssigkeit gefüllt, und ein kleiner Teil von dieser fließt am Rande des Steigrohrs zurück, ohne das Aufsteigen des Dampfes zu hindern. Im alten Soxhletapparat wurde die Aufgabe, das Gelangen fester Teile in den Stehkolben zu verhindern, durch die Papierhülse erfüllt, die zweite Aufgabe, die Extraktionsflüssigkeit genügend lange mit dem Extraktionsgut in Berührung zu lassen, durch das Heberrohr. Die Jenaer Glasfilterplatte erfüllt infolge ihrer verhältnismäßig geringen Durchlaufgeschwindigkeit nicht nur die erste Aufgabe, sondern auch die zweite; neben ihr ist das Heberrohr nicht unbedingt nötig! Wenn dieses nicht vorhanden ist, wird die Extraktionsweise von Grund auf anders; sie wird aus einer ruckweisen zu einer kontinuierlichen. Daher bleibt die Flüssigkeitsmenge im Kolben während der ganzen Extraktion praktisch gleich groß, in scharfem Gegensatz zu dem alten Soxhletapparat; und das ergibt den für manche Zwecke, darunter den mir damals vorliegenden, wesentlichen Vorteil, daß man den Stehkolben viel kleiner nehmen kann. Wenn man diesen Vorteil voll ausnutzen will, empfiehlt es sich, nicht wie beim Soxhletapparat die ganze Extraktionsflüssigkeit in den Stehkolben zu geben, sondern auch den Extraktionsraum mit ihr zu füllen, entweder zu Anfang des Versuches oder durch den Kühler beim Beginn des Siedens.

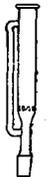


Fig. 1.

Der so geschilderte Apparat hat eine konstruktive Schwäche: Wenn die Verdampfungsgeschwindigkeit aus irgendwelchen Ursachen wesentlich größer wird als die Filterungsgeschwindigkeit, kann die zurücklaufende Flüssigkeit den ganzen Querschnitt des Steigrohrs erfüllen; das Aufsteigen und die Abkühlung des Dampfes wird verhindert, der Extraktionsapparat wird abgeschleudert und die Flüssigkeit kann in Brand geraten. Bei kleinen Mengen oder bei stets beaufsichtigten Einzelversuchen hat man diese Gefahr nicht zu fürchten; bei größeren Mengen oder bei Massenuntersuchungen darf sie aber nicht eintreten. Für solche Zwecke muß man einen Apparat verwenden, bei dem zwei Rohre um die Glasfilterplatte herumführen: eins dient als Steigrohr für den Dampf, das andere als Rücklaufrohr für die überschießende Flüssigkeit (Fig. 2). Den Querschnitt des Überlaufrohrs wird man zweckmäßig kleiner machen als den des Steigrohrs; wesentlich ist, daß seine Eintrittsstellen sowohl oben wie unten tiefer

¹⁾ Z. ang. Ch. 38, 1014 [1925].