Sublimirapparat für Benzoëssäure von Chr. Rump.

(Droguenhandlung Rump u. Lehnert in Hannover).

Ein runder Kessel aus Eisenblech, gefalzt und genietet, also weder luftdicht noch wasserdicht gearbeitet, von 18" (43,5 Centim.) Durchmesser und 12" (29 Centim.) Höhe, mit flachem Boden, gerader Wandung, mit einem übergreifenden Deckel zu verschliessen; an 2 gegenüberliegenden Seiten mit einem 6" (14,5 Centim.) weiten, 6" langen Rohre versehen. In dem Deckel oben eine 4" weite, mit einem Rande versehene Oeffnung, worauf eine Kappe von Eisenblech gestülpt wird, die ihrerseits mit einem Tubus versehen ist zur Aufnahme eines durchbohrten Korkes, um ein Thermometer einzulassen, das 3—4" (7—10 Centim.) in den Apparat eingesenkt ist, zur Beobachtung und Regulirung der Sublimationstemperatur. An diesen Apparat schliessen sich die Kästen zur Aufnahme des Sublimates, bestehend aus 2 leichten mit Papier ausgeklebten und mit einem aufliegenden Deckel verschlossenen Packkisten von 3' 8" (106 Centim.) Länge und 2' 3" Breite, in deren einer Schmalseite mitten ein 6" weites Loch geschnitten ist, woran ein 3" langes Rohr genagelt wurde, zur Aufnahme der gleichen Rohre des Apparates. Oben im Deckel befindet sich am entgegengesetzten Ende eine 4" weite Oeffnung, worauf ein circa 1' langes Rohr von Pappe gesteckt wird, dessen obere Oeffnung eine Tute lose verschliesst.

Der Apparat wird auf einen Windofen gestellt, die Kisten werden in gehöriger Lage angefügt und in den Apparat ein eiserner Topf oder eine irdene Schale gegeben, letztere in

dem Falle, wo freie rohe Benzoësäure sublimirt werden soll, da diese das Eisen angreift und hierdurch Verlust entsteht.

Man erhitze zunächst den ohne alles und jedes Lutum zusammengestellten Apparat mit der auf etwas Sand hineingestellten Schale von Töpferwaare auf über 100°, dann werfe man durch die Oeffnung des kleinen Deckels die rohe Benzoësäure (auf nassem Wege durch Kalk erhalten) in Portionen von $\frac{1}{2}$ Pfund hinein und erhitze, bis das Thermometer 200° bis 240° zeigt, bei welcher Temperatur die Sublimation ohne Störung vor sich geht. Dabei wird der Deckel oben ebenfalls mit glühenden Kohlen belegt, damit, wenn die Hitze unten etwas nachlässt, die Säure sich nicht in dem Sublimirgefässe niederschlagen kann.

In Zeit von 40 Minuten ist fast $\frac{1}{2}$ Pfund Säure verrauchet und kann man wieder durch den kleinen Deckel nachfüllen. Ob noch Säure sublimirt, sieht man leicht durch Lüften des Korkstöpsels; durch Oeffnen des Deckels der Kisten überzeugt man sich von dem regelmässigen Gange der Sublimation. Ueberraschend ist es und doch natürlich, dass hierbei von keinem Lutum oder Verkleben die Rede ist, denn durch die Einrichtung der 2 gegenüberliegenden Oeffnungen kann nicht allein keine Spannung eintreten, sondern es entsteht auch bei der Verdichtung in den Kästen ein luftverdünnter Raum, so dass umgekehrt die äussere Luft auf den Apparat drückt und desshalb nichts entweicht.

Bei der directen Sublimation aus dem Harze wähle man als Einsatz einen möglichst weiten Topf und fülle ihn mit Harz. Hier steigt die Temperatur nicht über 140° und die Ausbeute ist eine ungemein reichliche.

Dieser Apparat ist auch geeignet für die Sublimation von Thein und aus Thon gefertigt für die des Jods. (*Wittsteins Vierteljahrsschrift f. pract. Pharm.* 1868. Bd. 17. Heft 4. S. 516—519.).

H. L.

Directe Synthese der Cyanwasserstoffsäure.

Das indifferente Verhalten des freien Stickstoffs gegen die Mehrzahl der andern Körper lässt sich unter dem Einfluss des elektrischen Funkens beseitigen. M. Berthelot hat mittelst eines Ruhmkorff'schen Apparates durch ein Gemisch von Acetylen und Stickstoff eine Reihe von elektrischen Funken schlagen lassen und hierdurch die Bildung von