

mit Schwefelsäure versetztes Wasser tauchte und unter Benutzung einer Platinplatte als positive Elektrode einen Strom von 5—6 Bunsen'schen Elementen hindurchleitete. Nach $2-2\frac{1}{2}$ Stunden war das Palladium ganz mit Wasserstoff gesättigt, was sich ganz gut an der Stärke der Wasserstoffentwicklung erkennen liess. Es wurde nun herausgenommen, sorgfältig gewaschen und abgetrocknet. Zur Einleitung der Einwirkung bringt man das so geladene Palladium in eine stark verdünnte, wässrige Lösung des zu zersetzenden Salzes, von dem man zweckmässig nur eine ziemlich viel kleinere Quantität abwägt, als der auf dem Palladium verdichteten Wasserstoffmenge entspricht.

Man lässt das Palladium einige Stunden lang einwirken, nimmt es dann heraus, wäscht das abgeschiedene reducirte Metall ab, filtrirt dann die Flüssigkeit, wäscht, trocknet und wiegt das Metall. Im Filtrat bestimmt man die Säure; will man sich überzeugen, ob die Menge des Wasserstoffs zur völligen Reducirung hingereicht hat, so kann man vorher in die abfiltrirte Lösung nochmals ein beladenes Palladiumblech einbringen.

Das Kupfer und Gold schieden sich bei den Versuchen der Verfasser festhaftend auf dem Palladium nieder und konnten mit demselben gewogen werden. Um den Niederschlag wieder von dem Blech zu entfernen, empfiehlt es sich in solchen Fällen am meisten, das Palladium mit dem Ueberzug in einen elektrischen Stromkreis so einzuschalten, dass es, in eine Säure tauchend, den positiven Pol bildet.

Die Verfasser zeigen durch verschiedene Belege, dass sich die Reaction sehr gut zu quantitativen Bestimmungen verwenden lässt und machen auch darauf aufmerksam, dass in manchen Fällen, bei zu langem Verweilenlassen der Platte in der Flüssigkeit, nachdem der angesammelte Wasserstoff ganz verbraucht ist, ein Wiederlösen des abgeschiedenen Metalls eintritt, was man natürlich vermeiden muss. Ist das Palladium durch zu langen Gebrauch nicht mehr so aufnahmefähig für Wasserstoff, so kann man ihm diese Eigenschaft durch Ausglühen im Wasserstoffstrom wieder verleihen.

Ueber fractionirte Destillation sind neuerdings eine Anzahl von Abhandlungen erschienen. E. Claudon*) macht darauf aufmerksam, dass man bei der Beurtheilung der Leistungsfähigkeit verschiedener Apparate zur fractionirten Destillation nur dann zu richtigen Schluss-

*) Bulletin de la société chimique de Paris 42, 613.

folgerungen kommen kann, wenn die Destillationen so geleitet werden, dass in gleichen Zeiten gleich grosse Quantitäten von Destillat erhalten werden.

Der Verfasser verglich unter Einhaltung dieser Vorsichtsmaassregel einen Le Bel-Henninger'schen Apparat mit 15 Kugeln mit einem Winssinger'schen Siederohr*) und fand bei der Benutzung eines Gemenges von Wasser und Alkohol, dass die erste Vorrichtung bei weitem bessere Resultate liefert, und zwar in Folge des bei derselben stattfindenden Hindurchstreichens der Dämpfe durch die bereits wieder verdichteten Antheile der Flüssigkeit, indem dadurch eine viel bessere Dephlegmation hervorgerufen wird, als wenn die Dämpfe und die condensirte Flüssigkeit nur an einander hinstreichen.

Bedeutend bessere Erfolge erzielte der Verfasser mit dem Winsinger'schen Apparate, wenn er um das innere Rohr einen Draht oder ein schmales Streifchen Drahtnetz spiralig aufrollte.

Da dieser Apparat jedoch schwierig zu reguliren ist, so construirte Claudon schliesslich einen Apparat, der aus fünf Kugeln wie bei dem Le Bel-Henninger'schen Aufsätze besteht, nur dass die Einschnürungen zwischen den Kugeln, sowie die Rücklaufheber viel weiter sind. Die einzelnen Einschnürungen nehmen von einer Kugel zur andern immer um ein Millimeter im Durchmesser ab. In der Mitte des ganzen Apparates, also durch alle Kugeln und Einschnürungen hindurchgehend, befindet sich ein Condensationsrohr wie bei dem Winsinger'schen Apparate.

In die äussere Wandung dieses Rohres sind die kleinen Drahtnetz-scheibchen, welche als untere Siebböden der Kugeln dienen, alle so eingeschmolzen, dass sie sämmtlich gleichzeitig mit dem Rohre eingeführt und herausgezogen werden können. Dieser Apparat soll nach den Angaben des Verfassers eine ausgezeichnete Trennung der einzelnen Bestandtheile ergeben.

D. Mendelejeff**) hat zur fractionirten Destillation des Erdöls von Baku einen Apparat angewandt, der im Vergleich mit den gewöhnlichen Vorrichtungen dadurch eine bedeutend bessere Trennung der einzelnen Bestandtheile ergibt, dass die aus dem auf den

*) Vergl. diese Zeitschrift **23**, 199.

) Journ. der russ. phys.-chem. Gesellsch. Protokoll 1833 [1.], 189; durch Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **16, 1225. Ueber die Ergebnisse der betreffenden Destillationsversuche vergl. diese Zeitschrift **23**, 573.

Destillationskolben aufgesetzten Dephlegmator austretenden Dämpfe in einen zweiten Kolben geleitet werden und zwar bis auf den Boden desselben. Die sich dort verdichtende Flüssigkeit dient zum Waschen der durch sie hindurch geleiteten Dämpfe. Dieselben passiren nun einen auf diesen Waschkolben aufgesetzten zweiten Dephlegmator, gelangen in einen zweiten Kolben von eben beschriebener Art und in gleicher Weise schliesslich noch in einen dritten, vierten und in manchen Fällen fünften. Die aus dem letzten austretenden Dämpfe werden erst als Destillat aufgefangen. Hat man eine Fraction gesammelt und beginnt der Siedepunkt zu steigen, so entfernt man die Flamme unter dem eigentlichen Destillationsgefäss und lässt den Inhalt der sämmtlichen Dephlegmationskolben wieder zürücksaugen. Man beginnt dann in gleicher Weise wieder zu destilliren wie vorstehend beschrieben.

F. Rasiński*) hat Mittheilungen über die fractionirte Destillation des Erdöls von Baku mit Hülfe von Wasserdampf gemacht, bei der er im übrigen die eben beschriebene Anordnung des Apparates beibehielt und nur statt das Destillationsgefäss von aussen zu erhitzen in dasselbe Wasserdampf einleitete. Die Resultate dieser neuen Fractionierungsmethode scheinen recht befriedigende zu sein.

Auch M. J. Lazarus**) hat sich mit Vorthail des eingeleiteten Wasserdampfes zum Erhitzen beim Fractioniren bedient und zwar namentlich in solchen Fällen, wo leicht zersetzbare, mit Wasser nicht mischbare Flüssigkeiten zu destilliren waren, da unter diesen Umständen der Siedepunkt vieler Substanzen, die sonst erst über 100° sieden, unter dem des Wassers liegt und deshalb einer Zersetzung derselben leichter vorgebeugt werden kann.

Um beim fractionirten Destilliren unter vermindertem Druck ein gleichmässiges Vacuum zu erzeugen, schaltet L. Godefroy***) zwischen die Luftpumpe und das Auffangegefäss einen Regulator ein, auf den ich hier nur hinweisen kann. Ebenso muss ich auch bezüglich der Einrichtung zum Wechseln der Vorlage auf das Original verweisen.

Zur genauen Bestimmung des Schmelzpunktes empfiehlt C. Gräbe†) die Angaben des neben dem Schmelzpunktsröhrchen befind-

*) Journal für praktische Chemie [N. F.] **29**, 39 und **31**, 428.

) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **18, 577.

***) Annales de chimie et de physique [6. Série] **1**, 138.

†) Chem. Centralblatt [3. F.] **16**, 833.