

Sublimation.

Seltener als die Kristallisation aus einem Lösungsmittel wendet man die Sublimation zur Reinigung eines festen Stoffes an. Ihr Wesen besteht darin, daß man eine Substanz durch Erhitzen in den Gaszustand überführt und die Dämpfe unter Umgehung der flüssigen Phase an einer kalten Fläche sich direkt zu Kristallen verdichten läßt.

Eine Sublimation kleinerer Substanzmengen läßt sich zweckmäßig zwischen zwei gleich großen Uhrgläsern ausführen. Auf das untere bringt man die zu sublimierende Substanz, bedeckt jenes dann mit einem runden Filter, welches etwas über den Rand des Glases hervorragt und in seinem mittleren Teile einige Male durchlöchert ist, legt das zweite Uhrglas mit der Wölbung nach oben darauf und verbindet beide mit einer Uhrglasklammer. Erhitzt man nun das untere Glas möglichst langsam durch eine kleine Flamme auf einem Sandbade, so verdichtet sich die vergaste Substanz an dem kalten, oberen Glase zu Kristallen; das Filter verhindert, daß die Kriställchen wieder auf das untere, heiße Glas zurückfallen. Zur Abkühlung des oberen Glases kann man dieses mit einer mehrfachen Lage feuchten Filtrierpapiere oder mit einem Stückchen eines feuchten Tuches bedecken.

Will man größere Substanzmengen sublimieren, so ersetzt man in dem soeben beschriebenen Apparate das obere Uhrglas durch



Fig. 9.

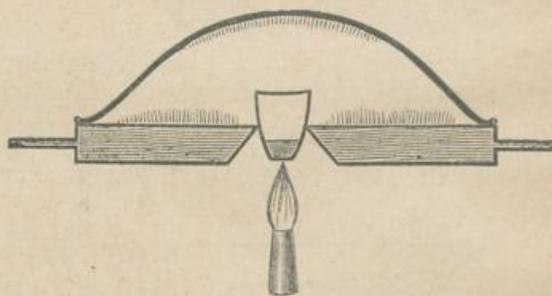


Fig. 10.

einen Trichter, welcher etwas kleiner als das Glas ist (Fig. 9). Damit die Dämpfe nicht aus dem Abflußrohr des Trichters entweichen, verschließt man dieses durch einen Wattepfropfen oder durch ein Hütchen aus Filtrierpapier. Äußerst zweckmäßig für Sublimationen ist der von BRÜHL konstruierte

Apparat (Fig. 10). Er besteht aus einer hohlen Scheibe von Metall, durch welche man Wasser laufen läßt. In der konischen Öffnung derselben befindet sich ein Tiegel, welcher die zu sublimierende Substanz aufnimmt. Die Scheibe wird bedeckt durch eine gewölbte Glasschale, deren abgeschliffener Rand dicht an jener anliegt. Erhitzt man den Tiegel direkt mit einer kleinen Flamme, während kaltes Wasser durch die Scheibe läuft, so verdichten sich die Dämpfe zum Teil an dem Glasdeckel, wesentlich jedoch an der durch das kalte Wasser abgekühlten oberen Fläche der Scheibe zu Kristallen. — Bei Sublimationen beachte man stets, daß der Apparat erst nach dem vollkommenen Erkalten auseinander genommen wird.

Auch in Tiegeln, Kolben, Bechergläsern, Retorten, Röhren u. a. kann man Sublimationen vornehmen. Das Erhitzen kann man in einem Luft- oder Ölbad ausführen. Um die Dämpfe schneller abzuleiten, kann man einen indifferenten Gasstrom durch den Apparat schicken.

Neuerdings ist auf die vorzügliche reinigende Wirkung der Sublimation im Vakuum hingewiesen worden. Ein hierfür geeigneter Apparat ist im Journal für praktische Chemie, Bd. 78 (1908), Seite 201, beschrieben.

Destillation.

Arten und Zweck der Destillation: Unter Destillation versteht man die Überführung eines flüssigen oder festen Stoffes durch Erhitzen in den Dampfzustand und darauffolgende Wiederverdichtung desselben, wobei, wenn es sich um feste Stoffe handelt, im Gegensatz zur Sublimation das Destillat nicht aus einzelnen Kristallen, sondern aus einer anfangs flüssigen und später kristallinisch erstarrenden Masse besteht. Je nachdem die Destillation bei Atmosphärendruck oder im luftverdünnten Raume ausgeführt wird, unterscheidet man die gewöhnliche Destillation von der Vakuumdestillation. Zweck der Destillation ist es, entweder einen einheitlichen Stoff durch die Bestimmung seines Siedepunktes auf seine Reinheit zu prüfen, oder aber eine Mischung verschieden hoch siedender Stoffe voneinander zu trennen (Fraktionierte Destillation).

Destillationsgefäße: Das Erhitzen des zu destillierenden Stoffes nimmt man meistens in Fraktionierkolben vor (Figg. 11, 12, 13). Diese unterscheiden sich außer durch ihre Größe noch durch die Entfernung des Kondensationsrohres von der Kugel,