

angewandten Testsubstanz erhalten werden, also um etwa 10% weniger als bei der direkten Umsetzung von Diacetyl im Fällungsgefäß. Diese Verluste entstanden nicht bei der Oxydation, sondern waren, wie Kontrollversuche mit reinem Diacetyl im Destillierkolben ergaben, durch die Flüchtigkeit des Diacetyls bedingt; deshalb mußte eine Schliffapparatur in Verwendung kommen.

Apparatur zur Destillation von Diacetyl.

Die Anwendung eines Glas-Schliff-Apparates erfolgte zur Vermeidung von Gummistopfen, die sich in der Destillationsanlage nicht bewährten und das namentlich bei höherer Temperatur leicht flüchtige Diacetyl entweichen ließen. Wie aus der Abbildung 1 er-

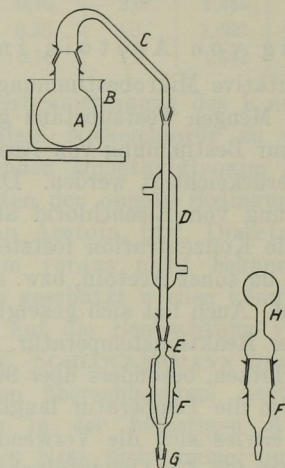


Abb. 1. Schematische Darstellung der Destillationseinrichtung und des Fällungsröhrchens.

sichtlich, ist die Anordnung so getroffen, daß der Oxydationskolben A, umgeben vom Glyzerinbad B, durch das mit doppelseitigem Schliff versehene Ableitungsrohr C mit dem vertikalen Kühler D verbunden wird, dessen unteres Ende ein gleichfalls mit Schliff versehenes Ansatzstück E trägt, das während der Destillation in die Vorlageflüssigkeit eintaucht und so ein verlustfreies Arbeiten ermöglicht. Dieses Ansatzstück ist etwas konisch erweitert, wodurch der Querschnitt des Lumens gegenüber dem Kühlerrohr vergrößert wird, und ein plötzliches Aufsteigen der Vorlageflüssig-