

Hierauf wird der Kolben *C* an *B* angesetzt, Ozon mit einer Geschwindigkeit von zirka 1.5 bis 2 l pro Stunde durchgeleitet und der Kolben am Wasserbade langsam angewärmt. Die Destillation muß so geführt werden, daß in dem aus dem Kondensationsgefäß austretenden Gasstrom noch Ozon enthalten ist. Dies wird bei unserer Versuchsanordnung dann erzielt, wenn die Temperatur von 30° erst nach zirka einer halben Stunde erreicht wird. Bei dieser Temperatur wird die anfangs feste Masse im Kolben flüssig und es geht die Hauptmenge des N_2O_5 über; von 35° an wird die Temperatur konstant gehalten. Eine Steigerung über 35° wird vermieden, weil die verfügbare Menge Ozon zur Oxydation der Mengen nitroser Gase, die bei dieser Temperatur durch erhöhten N_2O_5 -Zerfall entstehen, nicht mehr ausreicht.

Zu starke Gasentwicklung (Schäumen) in *C* ist durch Kühlen mit Eis oder kaltem Wasser zu mäßigen, da sonst auch N_2O_4 in *E* kondensiert wird und Ozon auf das feste Kondensat nur oberflächlich oxydierend einwirkt.¹

Verwendet man Luft statt Sauerstoff, so ist in Anbetracht der geringeren Ozonkonzentration die Destillation noch vorsichtiger zu führen.

Die Verwendung fester Kohlensäure zur Kondensation statt einer Eis-Kochsalzmischung ist bei der vorliegenden Methode notwendig, weil der Sublimationsdruck des N_2O_5 , wie sich aus der nachfolgenden Mitteilung ergeben wird, bei -21° zirka 7 mm Hg beträgt. Die diesem Partialdruck entsprechende Menge N_2O_5 würde bei Verwendung einer Eis-Kochsalzkühlung verlorengehen. Nun ist der N_2O_5 -Partialdruck der resultierenden Destillationsgase sehr gering, so daß ein Verlust von der angegebenen Größe die Ausbeute stark beeinträchtigen würde. Andererseits ist die Verwendung flüssiger Luft zur Kondensation² überflüssig, da der Sublimationsdruck schon bei -80° in der Größenordnung 10^{-3} mm Hg liegt.³

¹ In solchen Fällen erscheint das Produkt beim Entnehmen aus der Kältemischung gelblich gefärbt.

² Helbig, l. c.

³ Vgl. die nachfolgende Mitteilung.