

95. Watson Smith: Bestimmung der Dampfdichten der drei isomeren Dinaphthyle.

(Eingegangen am 27. Februar.)

Ich habe früher eine Methode angegeben, nach welcher es möglich ist alle drei Dinaphthyle zu isoliren. (Diese Berichte X, 1272.) Da die Ausbèute an dem bei 147° schmelzenden Dinaphthyl verhältnissmässig so gering war, das es unmöglich erschien, die Substanz in vollkommen reinem und weissem Zustand zu gewinnen, so habe ich mich der Darstellungsmethode von Lossen bedient um mir mehr dieses Dinaphthyls zu verschaffen und habe die zwei nach verschiedenen Methoden gewonnenen Substanzen, in möglichst gleichem Grade der Reinheit, verglichen. Es wurde so gefunden, dass das Dinaphthyl von Lossen (resp. das $\alpha\alpha$ -Isomere) so lange es nur schwach gelblich gefärbt ist, wie das andere, bei 147° schmilzt. Durch Kochen mit guter Thierkohle und Umkrystallisiren, wurde die Substanz indessen in vollkommen weissen Blättchen erhalten. Nun schmolz dieselbe bei 154° . Offenbar sind die zwei Körper vollkommen identisch. Ich habe mich für die Dampfdichtebestimmungen der ausgezeichneten neuen Methode von Victor Meyer bedient, die letzthin von ihm beschrieben wurde. (Diese Berichte XI, 2253.) Da die Substanzen sehr hoch sieden (das $\beta\beta$ -Isomere weit über 440° , $\alpha\alpha$ -etwas unter 440° und $\alpha\beta$ - noch weiter unter 440°), so habe ich bei diesen Bestimmungen das erbitzte Bleibad benutzt. Ich habe es auch nothwendig gefunden, die Bestimmungen in einer Atmosphäre von Stickstoff auszuführen, da alle drei Dinaphthyle sich in Gegenwart der hochehitzen Luft etwas zersetzen. Die auf diese Weise ausgeführten Versuche lieferten die folgenden Zahlen:

Dinaphthyl $\alpha\alpha$ (Schmelzp. = 154°). Versuch I: $S = 0.15075$.
 $t = 13^{\circ}$. $B = 718.3$. $V = 15.2$ ccm. Gefunden = 8.64. Versuch II:
 $S = 0.1375$. $t = 13.5$. $B = 718.3$. $V = 13.8$ ccm. Gefunden = 8.70.

Dinaphthyl $\beta\beta$ (Schmelzp. = 187°). Versuch I: $S = 0.16175$.
 $t = 14^{\circ}$. $B = 718.3$. $V = 16.2$ ccm. Gefunden = 8.73.

Dinaphthyl $\alpha\beta$ (Schmelzp. = 76°). Versuch I: $S = 0.1575$.
 $t = 15^{\circ}$. $B = 718.3$. $V = 15.7$ ccm. Gefunden 8.81. Versuch II:
 $S = 0.14125$. $t = 15^{\circ}$. $B = 718.3$. $V = 14.2$ ccm. Gefunden

= 8.74. Berechnet für $\begin{matrix} C_{10}H_7 \\ | \\ C_{10}H_7 \end{matrix} = 8.77$.

Die gebrauchten Buchstaben bedeuten:

S = das Gewicht der Substanz,

t = Temperatur des Zimmers resp. des Wassers im Cylinder,

B = den auf 0° reducirten Barometerstand,

V = das gemessene Luftvolumen.

Schliesslich erlaube ich mir Herrn Carl Meyer meinen besten Dank auszusprechen für die Unterstützung, die er mir in den oben erwähnten Versuchen geleistet hat.

Universitätslaboratorium, Zürich, Februar 1879.

96. G. Lunge: Ueber die Existenz des Salpetrigsäureanhydrids im Dampfzustande.

(Eingegangen am 1. März.)

Im Verfolge meiner früheren Untersuchungen über salpetrige Säure (diese Berichte XI, 1229, 1641) habe ich eine Versuchsreihe zur Entscheidung der Frage angestellt, ob das Salpetrigsäureanhydrid, N_2O_3 , als solches im Dampfzustande existirt, oder ob, wie einige Forscher namentlich auf Grund spectroscopischer Beobachtungen angenommen haben, dasselbe beim Verdampfen sofort und vollständig in Stickoxyd und Untersalpetersäure zerfällt, wonach also die Verbindung N_2O_3 nur in flüssigem Zustande existiren würde. Ich habe schon früher Gründe angegeben (d. B. XI, 1643), welche dafür sprechen, dass die letztere Annahme unrichtig ist, und ich glaube durch meine jetzigen Versuche positiv bewiesen zu haben, dass die Verbindung N_2O_3 als solche auch im Dampfzustande bei Temperaturen bis zu 150^0 existirt. Diese Versuche, sowie die zahlreichen Analysen, durch welche sie begleitet wurden, sollen anderweitig genauer beschrieben und hier nur die Ergebnisse derselben kurz mitgetheilt werden.

Wenn die Verbindung N_2O_3 sich in der That im Dampfzustande sofort zu $2NO$ und N_2O_4 dissociirt, so wird gegenüber diesem mechanischen Gemenge Sauerstoff sich so verhalten, dass alles Stickoxyd sofort und vollständig weiter, und zwar zu N_2O_4 , oxydirt wird. Wenn aber Sauerstoff diese Wirkung nicht hat, so kann nicht nur ein mechanisches Gemenge, sondern es muss eine chemische Verbindung N_2O_3 vorhanden sein. Natürlich muss aber die letztere von vorn herein möglichst rein genommen werden, und man kann daher nicht mit dem gasförmigen, auf gewöhnlichem Wege aus arseniger Säure und Salpetersäure von 1.35 V. G. entwickelten Produkte, sondern nur mit möglichst reiner, flüssiger, salpetriger Säure operiren. Diese konnte zwar auch durch mehrmalige Rectification bei 0^0 nicht frei von Untersalpetersäure erhalten werden, da ein Theil der salpetrigen Säure sich allerdings beim Rectificiren stets dissociirt, wobei Untersalpetersäure zurückbleibt und Stickoxyd fortgeht; aber die Gegenwart von Untersalpetersäure schadete nichts, weil erstens nur das sich zuerst beim Herausnehmen der Condensationsröhren aus der Kältemischung verflüchtigende Gas benutzt wurde, welches fast reine salpetrige Säure war, und zweitens ohnehin der Strom des Gases jedesmal in zwei Zweige getheilt